Ver.4.07

タンデム・マイクロリアクター
MODEL Rx-3050TR
取扱説明書

フロンティア・ラボ 株式会社
FRONTIER LAB

ご使用の前に

フロンティア・ラボ社製タンデム・マイクロリアクターをお買い上げ頂き、誠にありがとうございます。本製品を十分に活用するために、使用前にこの取扱説明書をお読み下さい。

この取扱説明書は、タンデム・マイクロリアクターに関する一般的な事項、据付け方法および操作などについて記載しています。実際の使用に際しては、弊社製の各オプション装置並びに各社の GC / MS の説明書も併せてご参照願います。

製品保証規約

フロンティア・ラボは、弊社製品の故障・不具合について、別紙の製品保証規定に従い保証します。製品保証規定は、弊社ホームページからもダウンロードして頂けます。

製品のサポート期限について

弊社製品の消耗部品、保守部品の供給並びに点検・修理などのサポート期限は、原則として、製品の販売終了後 7 年間となっております。但し、部品の製造メーカーから購入している電子部品等については、これらのメーカーの製造中止後の対応並びに弊社で確保した所要量の変動などにより製品の販売終了後 7 年以内であっても保守部品の供給ができなくなる場合があります。

安全な取り扱いについて

本製品を正しく安全に使用していただくため、本製品の操作に当たっては本書の安全注意事項を必ずお守り下さい。本書で指定していない方法で使用した場合は、本製品の保護機能が損なわれることがあります。なお、これらの注意に反したご使用により生じた障害については、フロンティア･ラボ株式会社は責任と保証を負いかねます。

警告表示の分類

この取扱説明書、および製品には下記の警告又は注意の表示又はラベルが貼付されています。これらの表示がある場合は、その部分で、誤った取扱いをすると身体、および製品に重大な危険を生ずる可能性がある事を示しています。

これらの表示は以下のように使い分けています。これらの表示の内容をよく理解し、指示を守って下さい。

警告

この表示を無視して誤った取扱いをすると、使用者が死亡又は重症を負う可能性があると思われる事項がある事を示しています。

注意

この表示を無視して誤った取扱いをすると、使用者が障害を負うことが想定される内容、および物的損害の発生が想定される事項がある事を示しています。

高温注意

この表示を無視して誤った取扱いをすると、使用者が火傷などの障害を負うことが想定される事を示しています。

その他、取扱い上重要な情報は [　　] で囲って表示します。

警告

電源プラグや装置間を接続するケーブルの接続部分に埃や塵が付着している場合は接続部をはずして（電源ケーブルはプラグを電源から抜いて）付着した埃を取り除いてください。この場合水や溶剤は使用しないで、乾いた布やブラシを使用してください。埃が付着したままでは火災の原因になります。

警告

感電する危険があります。温度コントローラーのカバーは、弊社が認定するサービスエンジニア以外は取り外さないで下さい。

警告

本装置では、反応炉冷却用のガスとして圧縮空気又は窒素ガスを使用します。窒素ガスを使用する場合は、十分な換気ができることを確認してください。換気の悪い閉所で使用すると窒息する危険があります。

注意

タンデム・マイクロリアクターの本体には、先端が鋭利なインターフェースニードルが使用されています。保守などの目的でインターフェースニードルの交換を行う場合は、必ず保護具（手袋、安全めがね等）を装着して作業を行ってください。

注意

装置の取り付け取り外しを行う場合は本体加熱部温度を 50ºC 以下まで下げて、温度コントローラーの電源を切り、電源ケーブルを抜いてから作業を行ってください。

注意

石英製の部品が破損した場合、破損部は非常に鋭利になります。石英製の部品を取扱う場合は、必ず保護具（手袋、安全めがね等）を装着して作業を行ってください。

注意

分析試料にベンゼン、トルエン、アセトンなど、消防法に定める危険物第 4 類、第一石油類の引火性溶媒などを使用している場合は、ドラフト内などの換気が十分に行われる場所で且つガスバーナーの裸火など、引火の恐れがある火気がないところで、試料を試料カップに採取してください。

高温注意

火傷する危険があります。
タンデム・マイクロリアクター本体の保護カバーは必ず装着して使用してください。保護カバーを取り外すときは反応炉温度が 100ºC 以下に下がっていることを確認してください。

反応炉温度を 800ºC 以上で長時間使用することは、ヒーター寿命を短くする可能性があります。800ºC 以上での連続使用は概ね 20 分程度を目安としてください。
また、本製品を使用しないで待機状態にしておく場合は反応炉温度を 100ºC 程度に設定することをお勧めします。これによりヒーター寿命は長くなります。

出荷内容物の確認

弊社からお届け致しました出荷内容物を据え付け前にご確認ください。各部品の番号は、Fig.A.1 に対応していますので、併せてご参照下さい。万一以下のリストと内容物が異なっている場合、または欠品あるいは損傷がある場合は、お手数ですが、弊社代理店までご連絡ください。

消耗品 LIST については、第 6 章をご参照下さい。

部品名称			梱包数	追加発注用部品番号 （追加発注時入り数）
1. 1st 反応炉関連部品				
1.1	1st 反応炉（1.1.1～1.1.8 の部品を組込み済み）		1 式	----------
	1.1.1	液体試料注入用サンプラーN	1 個	PY1-1035（1 個）
	1.1.2	オーリング（P-6W、シリコンゴム製、白色）	2 個	PY1-2017（20 個）
	1.1.3	Rx 不活性化 SUS 管 A	1 本	Rx1-3540（1 本）
	1.1.4	グラファイトベスペルフェラル（内径 6 mm）	1 個	PY1-7911（5 個）
	1.1.5	Rx ITF ユニオン A（反応ガス導入管付き）	1 個	Rx1-3534（1 個）
	1.1.6	Rx ITF ニードルクミ A （外径 1/16 インチ、ナット・フェラル付き）	1 式	Rx1-1278（3 個）
	1.1.7	反応炉保管用スタンド	1 組	PY1-3630（1 組）
1.2	高圧固体サンプラー		1 本	Rx1-1040（1 個）
1.3	高圧固体サンプラー置台		1 個	Rx1-2023（1 個）
1.4	Rx 蓄熱アダプターセット A		1 式	Rx1-3578（1 式）
1.5	Rx タンデム反応炉カバーA		1 個	Rx1-2501（1 個）
2. 2nd 反応炉関連部品				
2.1	2nd 反応炉（2.1.1～2.1.10 の部品を組込み済み）		1 式	----------
	2.1.1	Rx ITF ユニオン B（1/16”-1/4”）	1 個	Rx1-3535（1 個）
	2.1.2	Rx ITF カバーA	1 個	Rx1-2502（1 個）
	2.1.3	Rx 不活性化 SUS 管 A	1 本	Rx1-3540（1 本）
	2.1.4	オーリング（S4、フッ素ゴム製、黒色）	2 個	UV1-7701（10 個）
	2.1.5	Rx 石英反応インサート管 A（ZSM-5 触媒入り）	1 本	Rx1-3542（1 本）
	2.1.6	グラファイトベスペルフェラル（内径 6 mm）	2 個	PY1-7911（5 個）
	2.1.7	ITF ユニオン N	1 個	PY1-3513（1 個）
	2.1.8	ITF ニードル N	1 本	PY1-1274（3 本）
	2.1.9	ITF カバー 3030A	1 個	PY1-3563（1 個）
	2.1.10	反応炉保管用スタンド 30A	1 組	PY1-3631（1 組）

3. コントローラー関連部品				
3.1	温度コントローラー		1 台	----------
3.2	フローコントローラー		1 台	----------
3.3	反応炉制御ケーブル		1 本	PY1-7808（1 本）
3.4	AC コード		1 本	PY1-7023（1 本）
3.4	電源ケーブル用ノイズフィルタ		1 個	PY1-6034（1 個）
3.6	PY-USB ケーブル（2m , A 型オスーB 型オス）		1 本	PY1-7805（1 本）
3.7	USB ケーブル固定金具		1 個	PY1-3751（1 個）
3.8	ナイロンチューブ（冷却ガス用、1.5m、コネクター付き）		2 本	PY1-7801（1 本）
3.9	ナイロンチューブ（冷却ガス用、1.5m、抵抗管付）		2 本	PY1-7613（1 本)
4. その他の付属部品				
4.1	Rx 工具セット B		1 式	Rx1-K051（1 式）
	4.1.1	ピンセット	1 本	PY1-7141（1 本）
	4.1.2	スパナ（12/13 mm）	1 本	Rx1-3531（1 本）
	4.1.3	スパナ（6/8 mm）	2 本	Rx1-3532（1 本）
	4.1.5	ボールポイント 6 角ドライバー（2 mm）	1 本	PY1-7111（1 本）
4.2	Rx 消耗品セット A		1 式	Rx1-K040（1 式）
	4.2.1	Rx 不活性化 SUS 管 A（2 本は反応炉へ組込み済み）	3 本	Rx1-3540（1 本）
	4.2.2	Rx 石英反応インサート管 A（中空, 3mm i.d.）	20 本	Rx1-3541（5 本入り）
	4.2.3	ITF ニードル N	3 本	PY1-1274（3 本入り）
	4.2.4	グラファイトベスペルフェラル （内径 6 mm、3 個は反応炉へ組込み済み）	5 個	PY1-7911（5 個入り）
	4.2.5	オーリング（P-6W、シリコンゴム製、白色）	5 個	PY1-2017（20 個入り）
	4.2.6	オーリング（S4、フッ素ゴム製、黒色）	20 個	UV1-7701（10 個入り）
	4.2.7	石英ウール（0.5 g 入り）	1 本	PY1-5112（1 本）
4.3	ベントフリーGC/MS アダプターキット-50		1 式	MS402180（1 式）
4.4	Rx ITF ニードルクミ A（外径 1/16 インチ、ナット・フェラル付き）		2 本	Rx1-1278（3 本入り）
4.5	エコカップ LF（80 µl）		20 個	PY1-EC80F（100 個入り）
4.6	エコスティック SF		10 本	PY1-ES10F（50 本入り）
4.7	試料カップ置台（エコスタンド AL）		5 個	PY1-EH10AL（5 個）
4.8	エコカップ釣具（エコピックアップ F）		1 本	PY1-EP55F（1 本）
4.9	セプタム（液体試料注入用サンプラー用）		5 個	PY1-2025（20 個入り）
4.10	水準器		1 個	PY1-7131（1 個）
4.11	デュアー350 （液体窒素容器、350 ml）		1 個	UV1-7201（1 個）
4.12	デュアー瓶置台		1 個	UV1-7501（1 個）
4.13	システムチェック用カラム [ジメチルポリシロキサン、30 m (0.25 mm id) 2.0 µm]		1 本	UA1-30M-2.0F（1 本）
4.14	発生ガス分析用不活性化キャピラリーチューブ [2.5 m (0.15 mm id)]		1 本	UADTM-2.5N（1 本）

4.15	Rx 配管キット A　SUS チューブ（1.5m, 1/16” o.d., 0.8mm i.d., 1 本）、1/8 インチユニオン（Brass, 1 個），1/8 インチナット（Brass, 3 個），1/8 インチバックフェラル（Brass, 3 個）	1 式	Rx1-K033（1 式）
4.16	制御ソフトウェア（CD-ROM）、取扱説明書	各 1 式	----------
4.17	予備キャップネジ（M2.5x4, サンプラーベース&ITF カバー用）	5 個	----------
4.18	予備ネジ （六角穴付きフランジボタンボルト M3x6, 保管用スタンド 30A）	5 個	----------
4.19	加熱炉パージガス抵抗管 B	1 本	PY1-7618（1 本）

消耗部品をご購入の際には、Appendix A をご参照下さい。

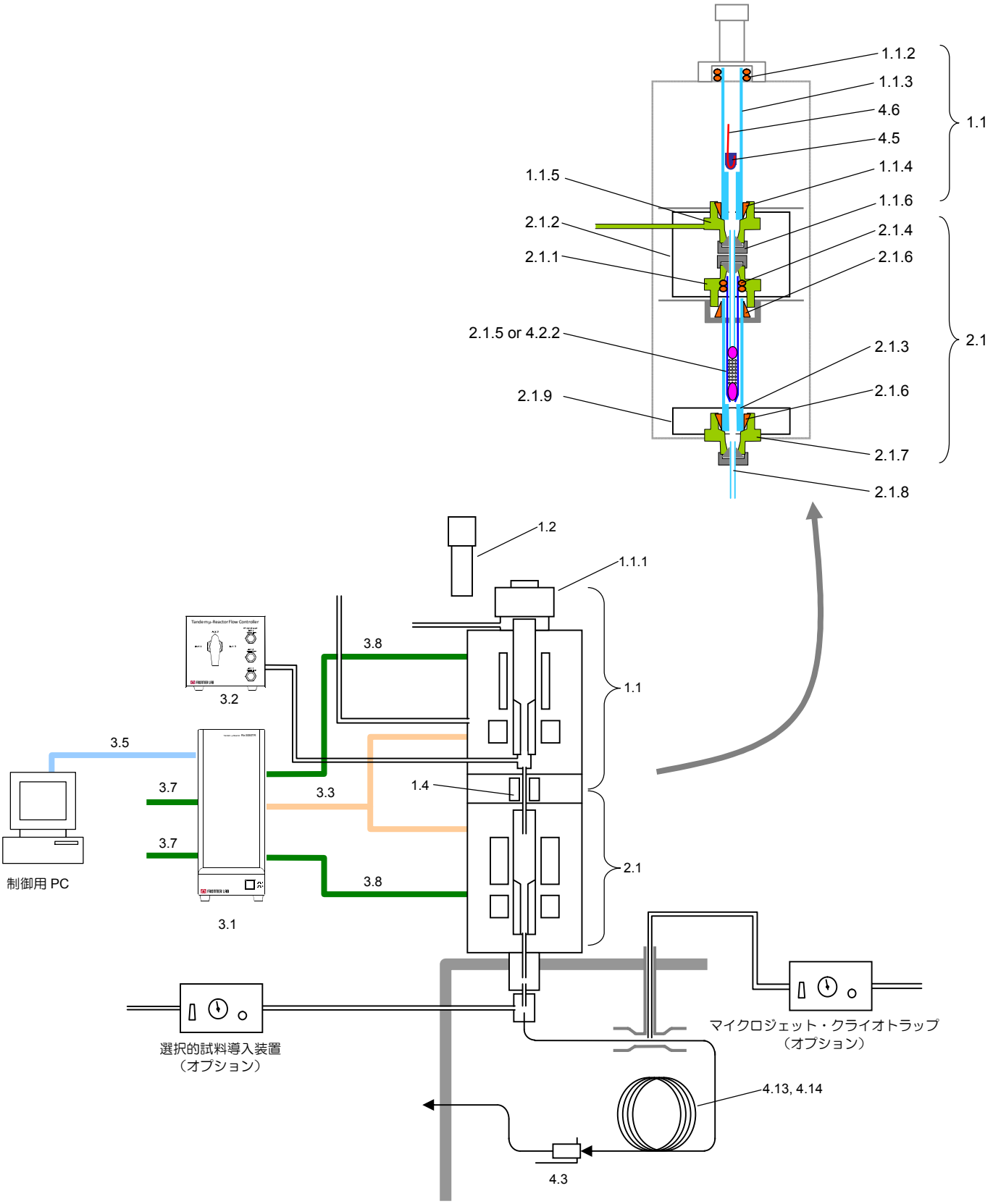


Fig.A.1　システム中における各部品の構成

目次

ご使用の前に …… A-1

製品保証規約 …… A-1

製品のサポート期限について …… A-1

安全な取り扱いについて …… A-1

警告表示の分類 …… A-2

出荷内容物の確認 …… A-4

目次 …… A-8

第 1 章　タンデム・マイクロリアクターについて …… 1-1

1.1　システム全体の構成 …… 1-1

1.2　フローコントローラーの流路 …… 1-1

1.3　各部の名称 …… 1-3

第 2 章　仕様 …… 2-1

第 3 章　据付け …… 3-1

3.1　据付け前の準備 …… 3-1

3.2　2nd 反応炉の準備と GC への取付け …… 3-2

3.3　1st 反応炉の準備と 2nd 反応炉への取付け …… 3-5

3.4　加熱炉パージガスチューブの接続 …… 3-8

3.5　フロー／温度コントローラーの取付け …… 3-9

3.6　キャリヤーガスのリーク検査 …… 3-11

3.7　コントロールソフトウェアのインストール …… 3-11

3.8　Rx 蓄熱アダプターの取付け …… 3-13

第 4 章　操作 …… 4-1

4.1　コントロールソフトウェアの起動方法と画面の構成 …… 4-1

4.2　分析を始める前に …… 4-3

4.3　各分析モードにおける条件設定と操作例 …… 4-6

4.4　コントロールソフトウェアのその他の機能について …… 4-27

4.5　反応ガスの設定 …… 4-29

4.6　冷却捕集について …… 4-29

4.7　反応炉への各種の試料導入法 …… 4-31

4.8　Rx 石英反応インサート管への触媒の充填方法 …… 4-33

第 5 章　性能確認 …… 5-1

5.1　エタノールからのエチレンの生成 …… 5-1

5.2　メタノールからのプロピレンの生成 …… 5-4

第 6 章　トラブルシューティング …… 6-1
6.1　反応炉部に関わるトラブル …… 6-1
6.2　コントローラーに関わるトラブル …… 6-2
6.3　マイクロジェット・クライオトラップに関わるトラブル …… 6-3
6.4　トラブルシューティングの代表例 …… 6-4
Appendix A　消耗部品一覧 …… Appendix A-1

第 1 章　タンデム・マイクロリアクターについて

本装置は、触媒の性能評価を迅速に行うために、各種の触媒を充填できる反応炉を GC/MS に直結し、気相接触反応による生成物を、オンラインで GC/MS を用いて測定する目的で開発された装置です。独立した温度制御が可能な 1st と 2nd の 2 つの反応炉が直列に接続されており、1st 反応炉で予熱・揮発または高分子材料などを熱分解して生成した成分は、2nd 反応炉内の反応管を経て GC 注入口へ導入されます。
各反応炉の温度や反応ガス（雰囲気ガス）を任意に切替えることが可能なため、必要に応じて反応場の条件を容易に変更することができます。

1.1　システム全体の構成

装置全体の構成を Fig.1.1（次ページ）に示します。1st 反応炉と 2nd 反応炉の接続部から任意の反応ガスを追加できる構造となっており、この反応ガスの流量を変えることで、試料成分と反応ガスの濃度や反応時間を変えることも可能です。

1.2　フローコントローラーの流路

使用する反応ガスは、フローコントローラーに内蔵された反応ガス切換えバルブにより、接続した 3 種類の反応ガスから選択することができます。それぞれのガスの流量は、マスフローコントローラーにより制御されます。フローコントローラー内のガスの流路を Fig.1.2 に示します。

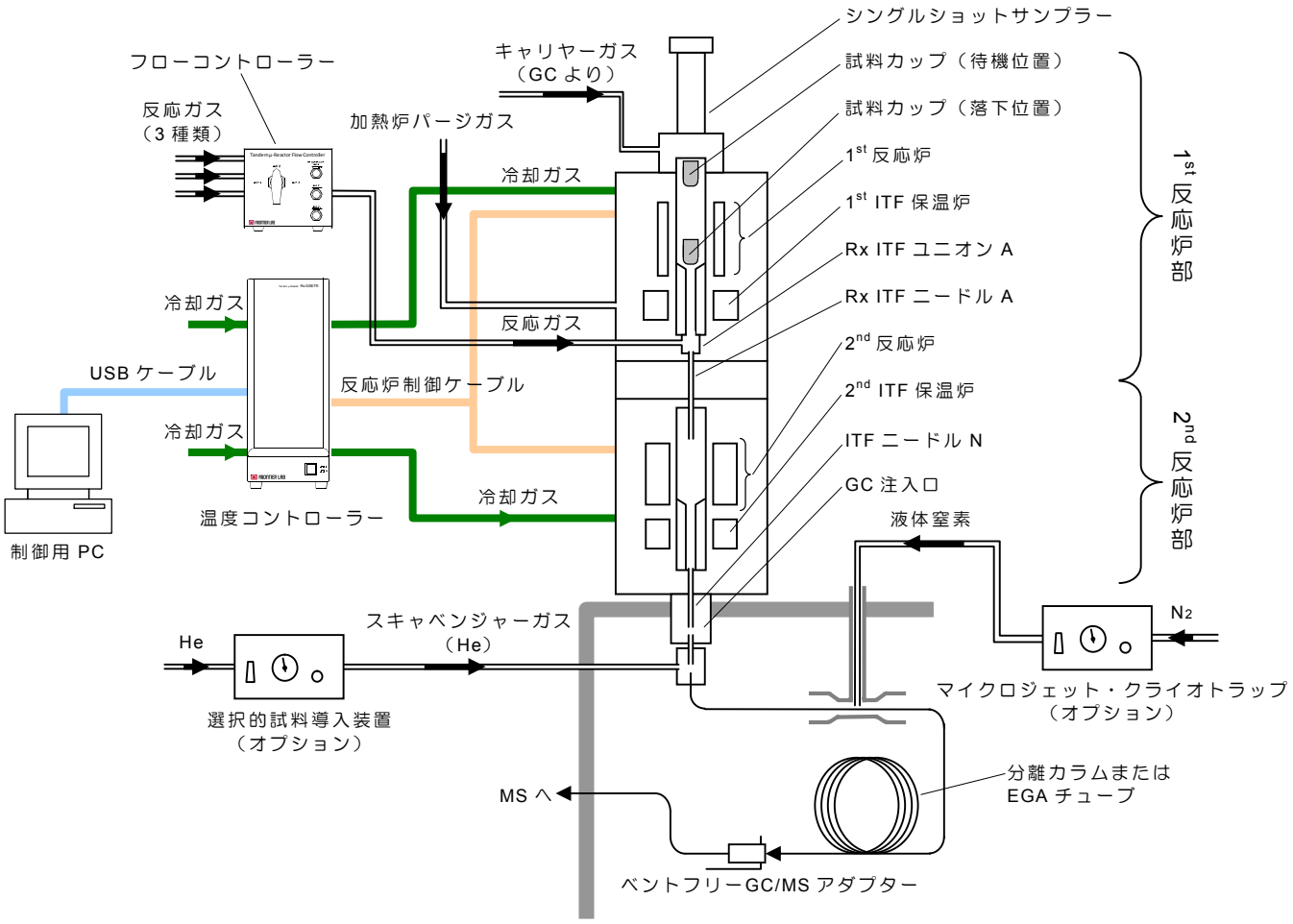


Fig.1.1　タンデム・マイクロリアクターのシステム全体の構成

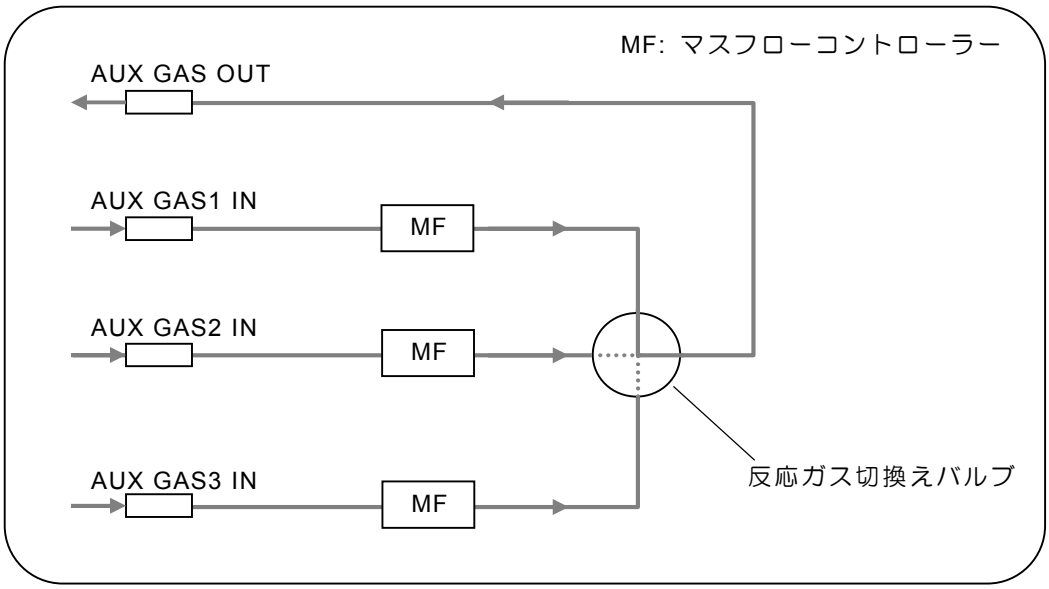
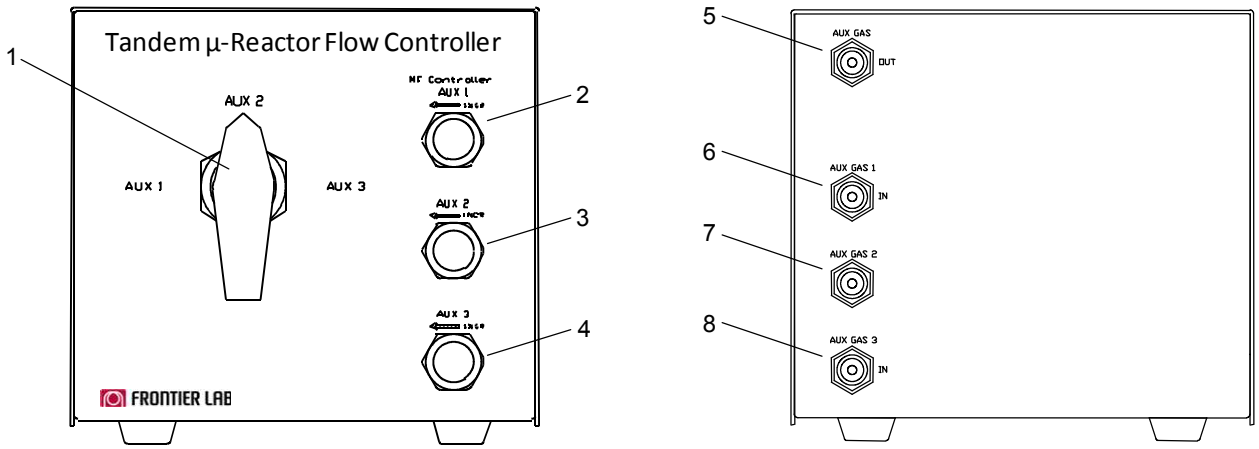


Fig.1.2　フローコントローラー内の流路

1.3　各部の名称

フローコントローラーおよび温度コントローラーの各部の名称を示します。各章での説明では、これらの名称を用いますので、適宜ご参照下さい。

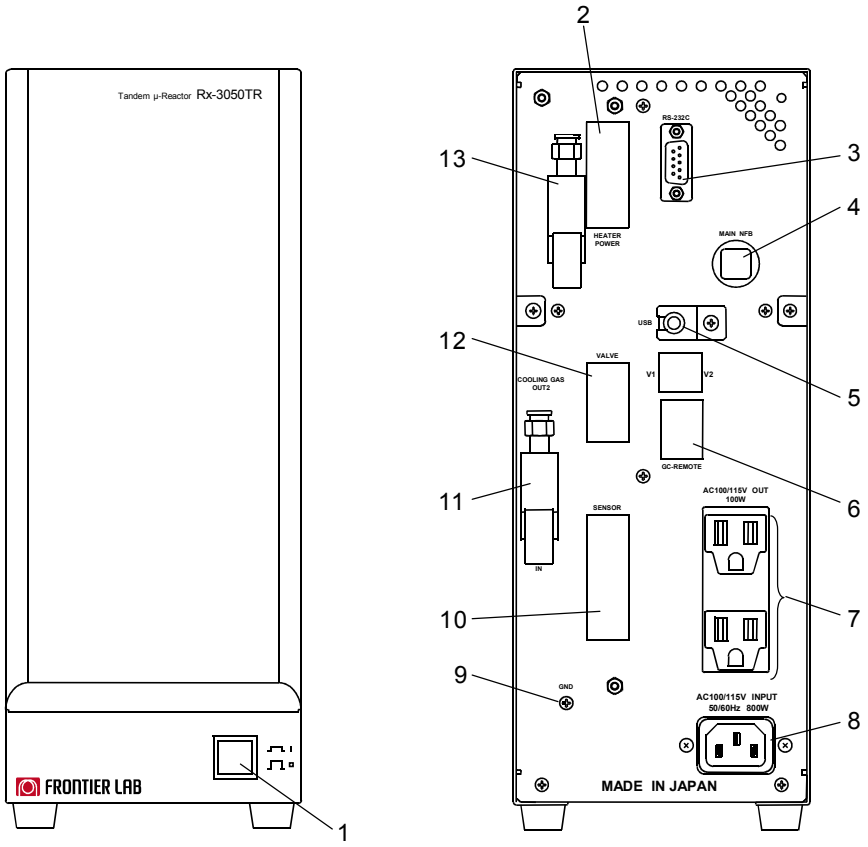
1.3.1　フローコントローラーの各部の名称



No	名称	機能
1	反応ガス切り替えバルブ	反応ガスの種類を選択します。
2	反応ガス 1 流量調整ツマミ	反応ガス 1 の流量を調整します。流量の調整には流量計を使用します。
3	反応ガス 2 流量調整ツマミ	反応ガス 2 の流量を調整します。流量の調整には流量計を使用します。
4	反応ガス 3 流量調整ツマミ	反応ガス 3 の流量を調整します。流量の調整には流量計を使用します。
5	反応ガス出口	反応ガス切り替えバルブで選択した反応ガスの出口です。
6	反応ガス 1 入口	反応ガス 1 の入口です。供給元からの配管を接続して下さい。
7	反応ガス 2 入口	反応ガス 2 の入口です。供給元からの配管を接続して下さい。
8	反応ガス 3 入口	反応ガス 3 の入口です。供給元からの配管を接続して下さい。

Fig.1.3　フローコントローラー各部の名称

1.3.2　温度コントローラーの各部の名称



No	名称	機能
1	電源スイッチ	主電源の ON / OFF を行います。
2	ヒーター用ケーブルコネクター	反応炉制御ケーブルのヒーター用コネクターを接続します。
3	RS-232C ポート（AS-1020E 用）	オートショット・サンプラーと接続します。
4	主ブレーカー	過電流により、電力供給を遮断します。
5	PC 通信ケーブルコネクター	PC と接続します。
6	GC リモート信号ケーブルコネクター	GC と接続します。
7	周辺装置用電源	AC 100/115V, 最大 100W までの周辺装置用の電源です。
8	主電源コネクター	主電源を接続します。
9	加熱炉アース用端子	反応炉制御ケーブルの加熱炉アース端子を接続します。
10	センサー信号コネクター	反応炉制御ケーブルのセンサー用コネクターを接続します。
11	2nd 反応炉冷却ガス制御バルブ	2nd 反応炉用の冷却ガスを制御します。必要に応じて自動で開閉します。
12	バルブ制御ケーブルコネクター	冷却ガス制御バルブおよび周辺装置のバルブ制御用コネクターを接続します。
13	1st 反応炉冷却ガス制御バルブ	1st 反応炉用の冷却ガスを制御します。必要に応じて自動で開閉します。

Fig.1.4　温度コントローラー各部の名称

第 2 章　仕様

		タンデム・マイクロリアクター（Rx-3050TR）	
		RX-3050TR-110（110 V 用）	RX-3050TR-220（220 V 用）
1st 反応炉			
反応炉	温度制御範囲	40～900˚C（1˚C 毎、昇温制御可能）	
	ヒーター	円筒型セラミックヒーター	円筒型セラミックヒーター
	冷却機能	圧縮空気または窒素を使用（推奨圧力 500 kPa、最大使用流量 5 l/min）	
	流路内の材質	ステンレス（シリカ薄膜による表面の不活性化処理済み）	
インターフェース	温度制御	40～400˚C（1˚C 毎、定温制御）	
	ヒーター	カートリッジヒーター	
2nd 反応炉			
反応炉	温度制御	40～900˚C（1˚C 毎、昇温制御可能）	
	ヒーター	カートリッジヒーター	カートリッジヒーター
	反応管	石英製（内径 3 mm、外径 4 mm、長さ 78 mm）	
	冷却機能	圧縮空気または窒素を使用（推奨圧力 500 kPa、最大使用流量 5 l/min）	
インターフェース	温度制御	40～400˚C（1˚C 毎、定温制御）	
	ヒーター	カートリッジヒーター	
温度コントローラー			
所要電源		AC100 – 120V（50/60 Hz, 800W）	AC200 – 240V（50/ 60 Hz, 800W）
フローコントローラー			
反応ガス制御機能		ガス種の選択：4 ポートバルブによる切換え（Aux gas 1～3 および Stop） ガス流量の制御：各ガス種専用のマスフローコントローラーにより制御 （最大流量 100 ml/min 最高使用圧力 1MPa ）	
コントロールソフトウェア			
動作環境	PC	PC/AT 互換機 (USB 接続ポート 1 基および CD ドライブが必要)	
	OS	Microsoft Windows 8, 7, Vista, XP	
	RAM	512 MB	
	所要 HD 容量	20 MB	
媒体		CD-ROM 1 枚	
分析モード	温度制御	Isothermal Temp Analysis, Linear Temp Analysis Stepwise Temp Analysis	
	サンプリング	Real Time Monitoring, Selected Zone Analysis	

第 3 章　据付け

ここでは据付け作業の概要を説明します。詳しい手順は各社 GC 用取付けキットに付属する据付けマニュアルを参照してください。

注意

1：安全のため、保護メガネを装着して据付け作業を行なってください。

2：据付け前に GC の注入口温度を OFF に設定して、100ºC 以下に冷却してから作業を行って下さい。（やけどの危険性があります。）

3：加熱炉本体温度は急速に上がり危険です。GC へ取付けが終了するまでは温度コントローラーの電源を切った状態で作業を行ってください。

3.1　据付け前の準備

3.1.1　準備品の確認

据付け作業の前に下表に示す準備品が揃っていることを確認します。これらは本製品には含まれません。

	項目	仕様	備考
1	取付けキット	各 GC 用に指定された取付けキット	
2	電源	AC 100-120 V,　8 A（アース付き）	付属の電源ケーブル長は 2 m。
3	制御用 PC	OS: Windows 8, 7, Vista, XP （日本語または英語） 通信ポート：USB 1 基, CD ROM ドライブ	GC 又は GC/MS の制御用 PC の使用が可能。付属の USB ケーブル長は 2 m。
4	冷却用ガス[1)]	ガス種類：　窒素または空気（コンプレッサーによる圧縮空気も使用可） 供給圧力：400～600 kPa（消費量：　5～14 L/min）	コントローラー設置位置から配管距離で 1.5 m 以内に外径 1/8 インチ又は 3 mm のパイプで配管されていること。
5	反応ガス	ガス種類：空気、窒素、水素など最大 3 種類接続可能（空気を使用する場合には、ボンベ充填された空気をご使用下さい） 供給圧力：400～600 kPa	反応ガスを用いない場合には不要。 コントローラー設置位置から配管距離で 1.5 m 以内に外径 1/8 インチ又は 3 mm のパイプで配管されていること。
6	設置スペース	温度コントローラー設置用 （幅 x 奥行き x 高さ）：120 x 310 x 310 mm フローコントローラー設置用 （幅 x 奥行き x 高さ）：160 x 280 x 150 mm	GC 注入口に設置する反応炉とコントローラーを接続するケーブル長は 2 m。

3.2　2nd 反応炉の準備と GC への取付け

3.2.1　2nd 反応炉の準備

取付けの前に、2nd 反応炉上部の Rx ITF カバーA, B を外しておきます（Fig.3.1①）。

3.2.1.1　2nd 反応炉下部への各部品の取付け

納品時には、あらかじめ各部品を取付け、準備が完了した状態になっておりますので、この項目の作業は不要です。

① 保管用スタンドを、反応炉下部の両側面のネジ（4 本）を緩めて取外します（Fig.3.1①）。

② 2nd 反応炉下部の ITF 保温カバーを外します（Fig.3.1②）。

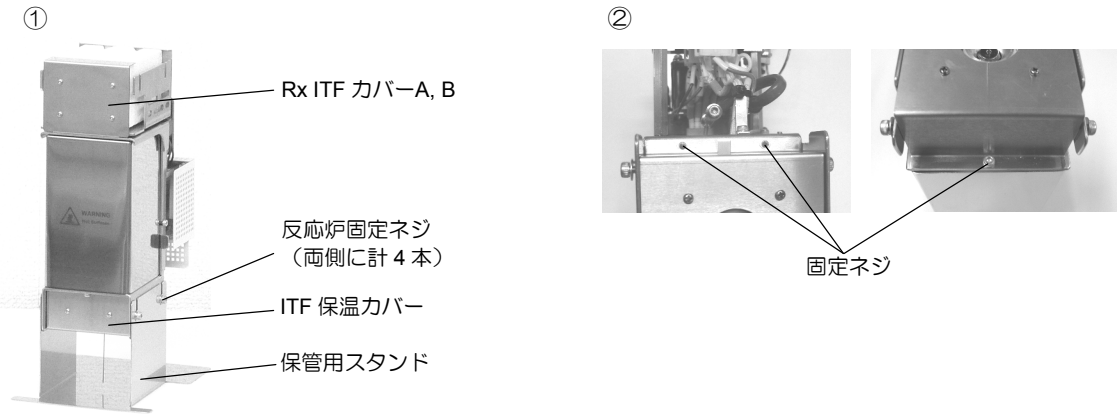


Fig.3.1　保管用スタンドと ITF 保温カバーの取外し

③ 反応炉部の下部から Rx 不活性化 SUS 管 A を挿入します（Fig.3.2③）。

④ Rx 不活性化 SUS 管 A にグラファイトベスペルフェラルを取付けます（Fig.3.2④）。

⑤ ITF ユニオン N を取付け、付属のスパナ（12 mm）で締めます（Fig.3.2⑤）。

⑥ ITF ニードル N を取付けます（Fig.3.2⑤）。

⑦ ITF 保温カバーを取付けます（Fig.3.2⑥）。

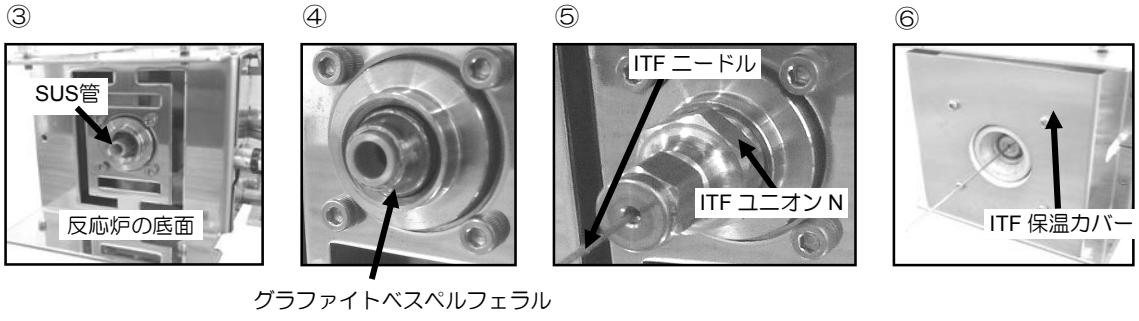


Fig.3.2　2nd 反応炉下部への各部品の取付け

3.2.1.2　2nd 反応炉上部への各部品の取付け

下記の手順に従い、2nd 反応炉上部への各部品の取付けを行います。Fig.3.4 に各部品の取付け状態を示しますので参照して下さい。

① 2nd 反応炉上部の Rx 反応炉ユニオン B を外し、触媒を充填した Rx 石英反応インサート管 A を Rx 不活性化 SUS 管 A へ挿入します（Fig.3.3）。

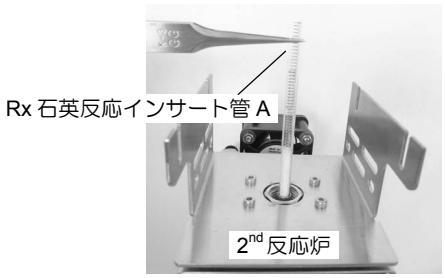


Fig.3.3　2nd 反応炉へのインサート管の取付け

② Rx 不活性化 SUS 管 A にグラファイトベスペルフェラルを取付けます（出荷時にはこれらの部品は予め取付けてあります）。

③ Rx 石英反応インサート管 A の上部にオーリング（S4 フッ素ゴム、黒色）を入れ、さらに Rx 反応炉ユニオン B を取付けます。

④ Rx 反応炉ユニオン B を手で締めた後、付属のスパナ（13 mm）で約 1/4 回転増し締めします。

2nd 反応炉への各部品の取付け状態を Fig.3.5 に示しますので、各部品が正しく取付けられていることをご確認下さい。

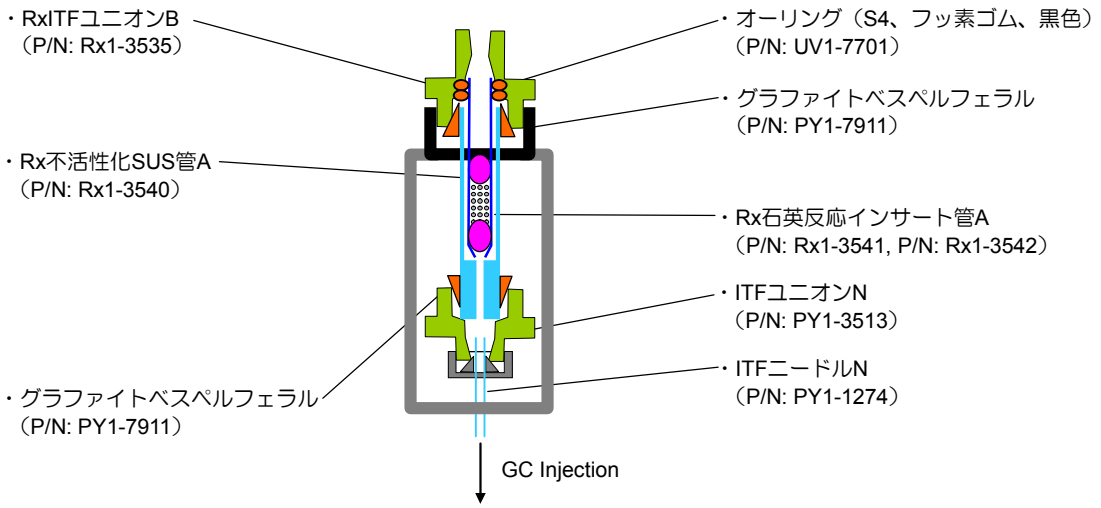


Fig.3.4　2nd 反応炉への各部品の取付け

3.2.2　GC への取付け

3.2.2.1　GC 注入口の準備

① キャリヤーガスの配管を変更します。Fig. 3.5 に反応炉を取付ける前後のキャリヤーガスの流路図を示します。据付け作業の各ステップでご参照下さい。

② GC 内蔵のキャリヤーガス流量制御器で制御されたキャリヤーガスは注入口への配管の途中でバイパスして 1st 反応炉に接続し、注入口へのキャリヤーガスの配管は封止栓で閉じます。各社 GC により、配管を途中で切断する必要が生じる場合もあります。

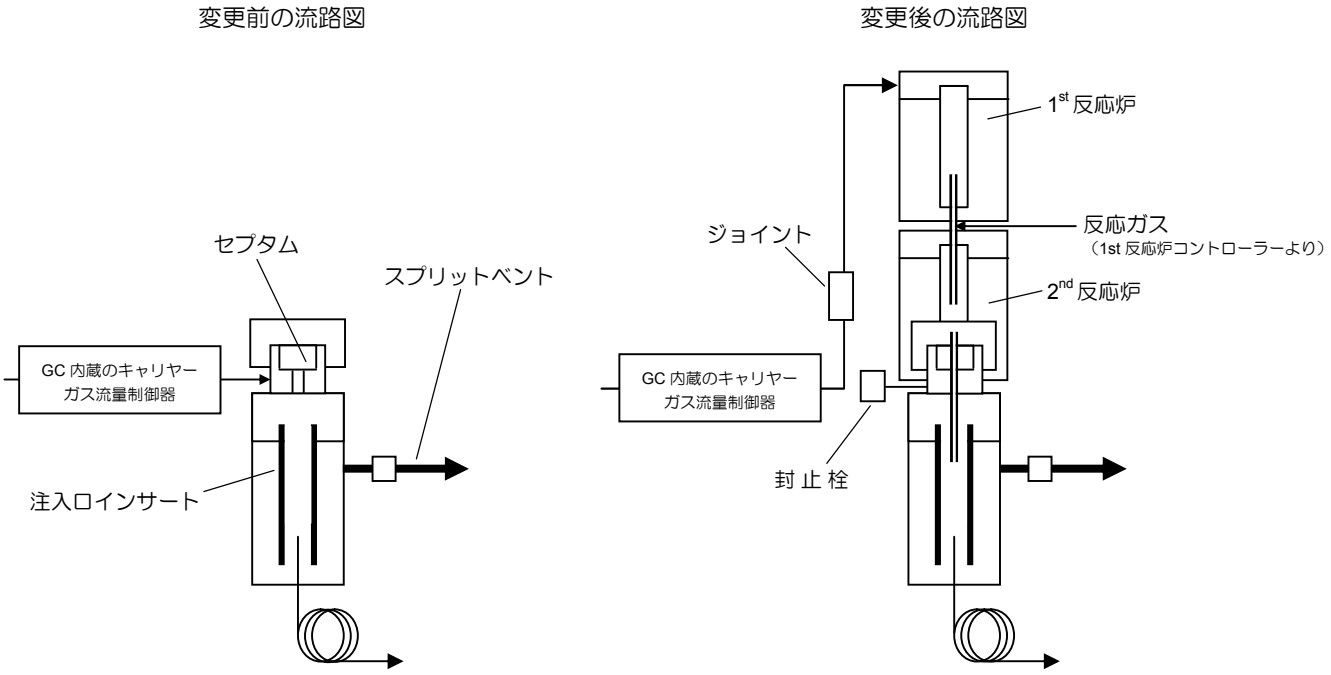


Fig.3.5　反応炉の設置前後の流路図

③ GC 注入口のセプタムとセプタムナットを交換します。セプタムは取付けキットに付属するものを使用することをお勧めします。キットに付属するセプタムは、高温による金属面への融着を軽減するために、表面にコーティングが施されています。

3.2.2.2　2nd 反応炉の GC 注入口への取付け

① 反応炉の取付け架台を GC に取付けます。

② 2nd 反応炉を GC 注入口へ取付けます。ITF ニードルを GC 注入口へ挿入し、ITF ニードルを固定しているナットが、GC のセプタムナットにぶつかるまで押し下げてください。

③ 2nd 反応炉下部のネジで、架台に固定して下さい。この際、水準器を用いて、2nd 反応炉をほぼ垂直に固定して下さい。

3.3　1st 反応炉の準備と 2nd 反応炉への取り付け

3.3.1　1st 反応炉の準備

3.3.1.1　1st 反応炉下部への各部品の取付け

納品時には、あらかじめ各部品を取付け、準備が完了した状態になっておりますので、この項目の作業は不要です。

① 保管用スタンドを、反応炉下部の両側面のネジ（4 本）を緩めて取外します（Fig.3.6）。

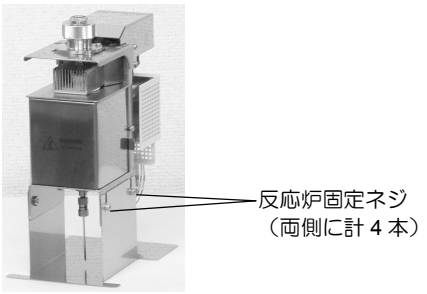


Fig.3.6　保管用スタンドの取外し

② 反応炉部の下部から Rx 不活性化 SUS 管 A を挿入します（Fig.3.7 A）。

③ Rx 不活性化 SUS 管 A にグラファイトベスペルフェラルを取付けます（Fig.3.7 B）。

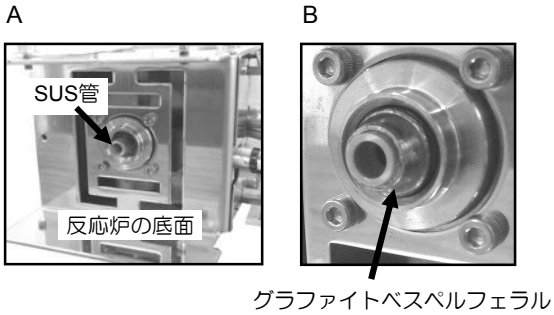


Fig.3.7　1st 反応炉下部への各部品の取付け

④ Rx ITF ユニオン A を 1st 反応炉に取付けます。この際、反応ガス導入管が反応炉後方に位置するように、付属のスパナ（6 mm）でユニオンの方向を固定しながらスパナ（12 mm）でユニオンのナットを締めて下さい（Fig.3.8）。

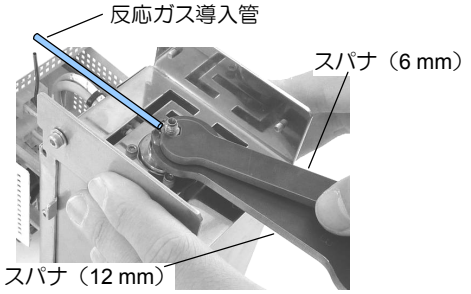


Fig.3.8　Rx ITF ユニオン A の取付け

⑤ Rx ITF ユニオン A に Rx ITF ニードルクミ A（Fig.3.9 A）を取付けます。ニードルをスパナで締める際には、Rx ITF ユニオン A の反応ガス導入管の位置が変わらないように、6 mm スパナで方向を固定しながら締めて下さい（Fig.3.9 B）。

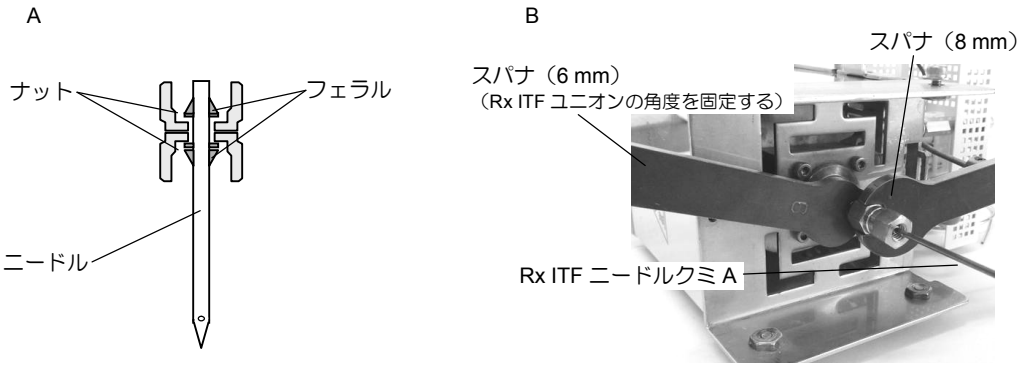


Fig.3.9　Rx ITF ニードルクミ A の構成と 1st 反応炉への取付け

⑥ Rx 蓄熱アダプターセット A を取付けます。Rx 蓄熱アダプターセット A は、分析対象となる化合物が、比較的沸点の高い化合物（目安として、炭素数が 20 以上の化合物が相当します）である場合のみ必要です。それ以外の場合には、取付ける必要はありませんので、3.3.2 項へお進みください。Rx 蓄熱アダプターセット A の取付け方は、3.8.2 項をご参照下さい。

3.3.2　1st 反応炉の 2nd 反応炉への取付け

① 1st 反応炉を 2nd 反応炉へ取付けます。1st 反応炉に取付けた Rx ITF ニードルクミ A のニードルを、2nd 反応炉上部の Rx ITF ユニオン B に挿入します（Fig.3.10 A）。さらに、Rx ITF ニードルクミ A のナットをスパナで締め、2nd 反応炉上部のユニオンに固定します（Fig.3.10 B）。

A.　Rx ITF ニードルクミ A の挿入　　B.　Rx ITF ニードルクミ A の固定

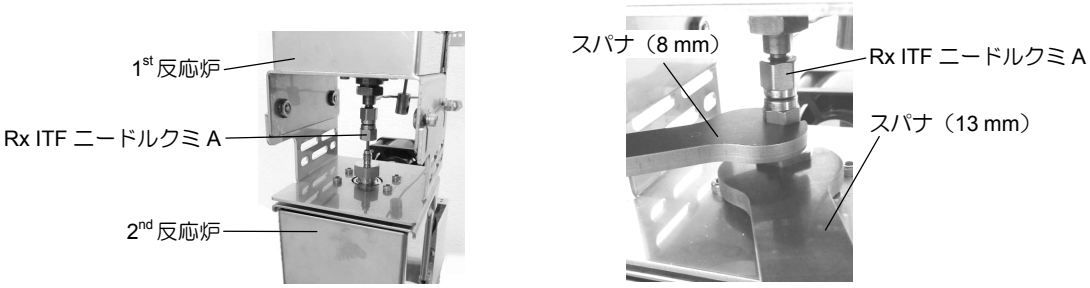


Fig.3.10　1st 反応炉の 2nd 反応炉への取付け

② Rx ITF カバーA を取付けます。1st 反応炉と 2nd 反応炉の接続部に、前方から Rx ITF カバーA を挿入し、Rx ITF カバーA 下部のツメを 1st 反応炉と 2nd 反応炉の隙間に入れて固定してください（Fig.3.11）。

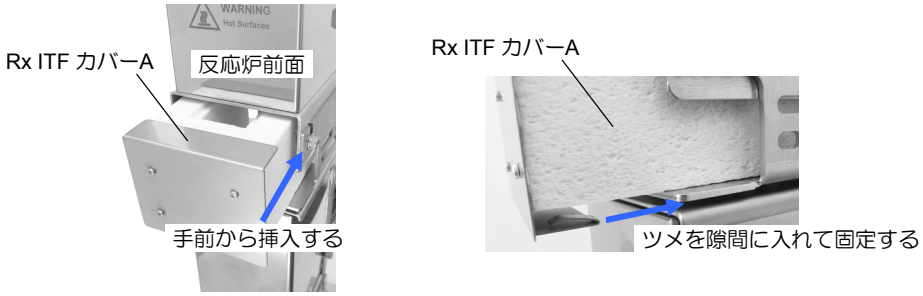


Fig.3.11　Rx ITF カバーA の取付け

③ Rx ITF カバーB を取付けます。後方から Rx ITF カバーB を挿入し、Rx ITF カバーA 下部のツメを 1st 反応炉と 2nd 反応炉の隙間に入れて固定してください（Fig.3.12）。

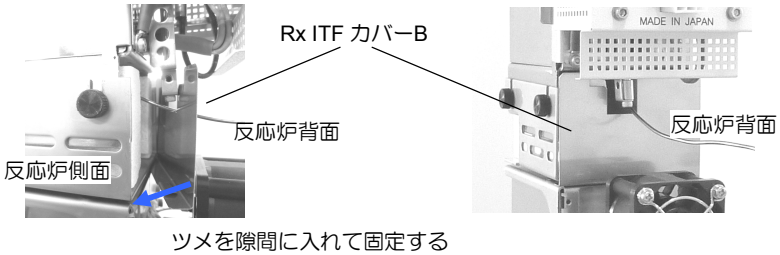
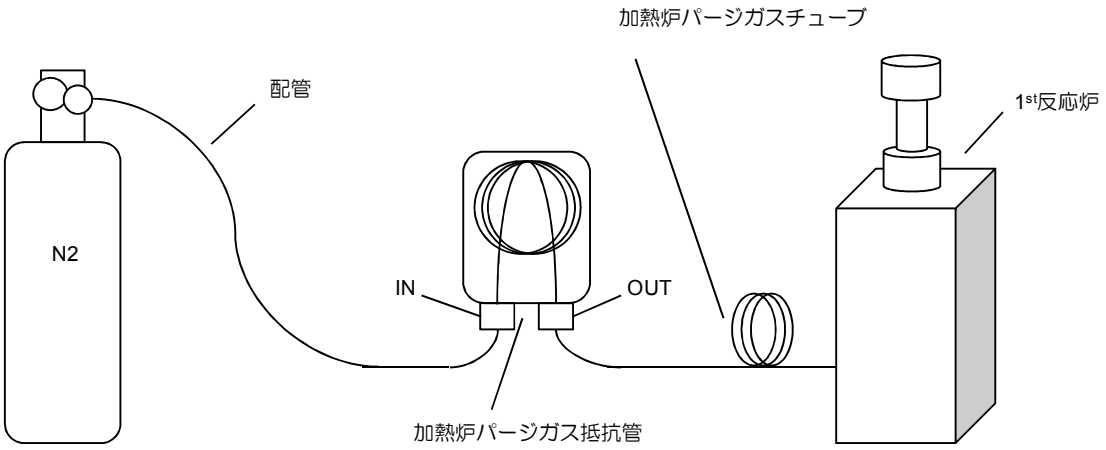


Fig.3.12　Rx ITF カバーB の取付け

3.4　加熱炉パージガスチューブの接続

ヘリウムや窒素などの不活性ガスで加熱炉内をパージすることで、1st 反応炉内の温度センサーや他の部品を酸素による酸化劣化を抑制することが可能になります。特に、1st 反応炉温度 800ºC 以上の高温条件で使用する場合には、必ず不活性ガスによる 1st 反応炉内のパージを行ってください。

窒素などの不活性ガスの配管を分岐し、付属のパージガス抵抗管 B を経由して、1st 反応炉に接続して下さい。供給圧力が 500 kPa の場合、約 100 mL/min のガスが流れます。空気を使用した場合には、酸化劣化を防ぐ効果が得られません。流路図を下記に示します。



注意　加熱炉パージガスチューブ付属の警告ラベルを GC オーブン上などの高温になる場所に移動させないでください。高温により警告ラベルが変形して読み取れなくなる可能性があります。

警告　水素などの可燃性ガスを接続しないでください。爆発の危険性があります。

3.5　フロー／温度コントローラーの取付け

3.5.1 反応ガス配管の接続

フローコントローラー背面のAUX GAS 1～3 INに、反応ガスの配管を接続します（Fig.3.13）。また、AUX GAS OUTは、Rx ITF ユニオン Aに接続します（Fig.1.1 参照）。

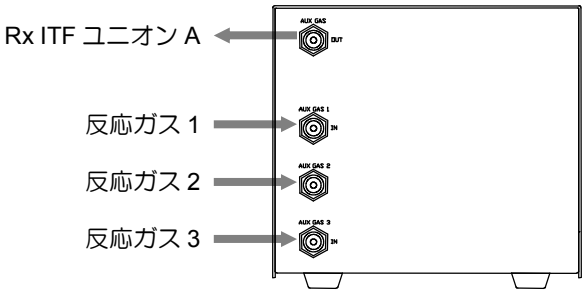


Fig.3.13　フローコントローラー背面への反応ガス配管の接続

3.5.2 ケーブル類の接続

① 反応炉制御ケーブルにより、温度コントローラーと1st および2nd 加熱炉を接続します（Fig.3.14）。

> **注意**　1st 反応炉と 2nd 反応炉を間違えないように、各ケーブルのラベルをご確認ください。

② USB ケーブルを PC の USB ポートと温度コントローラー背面の PC 通信ケーブルコネクターに接続し、固定金具で固定します（Fig.3.14）。

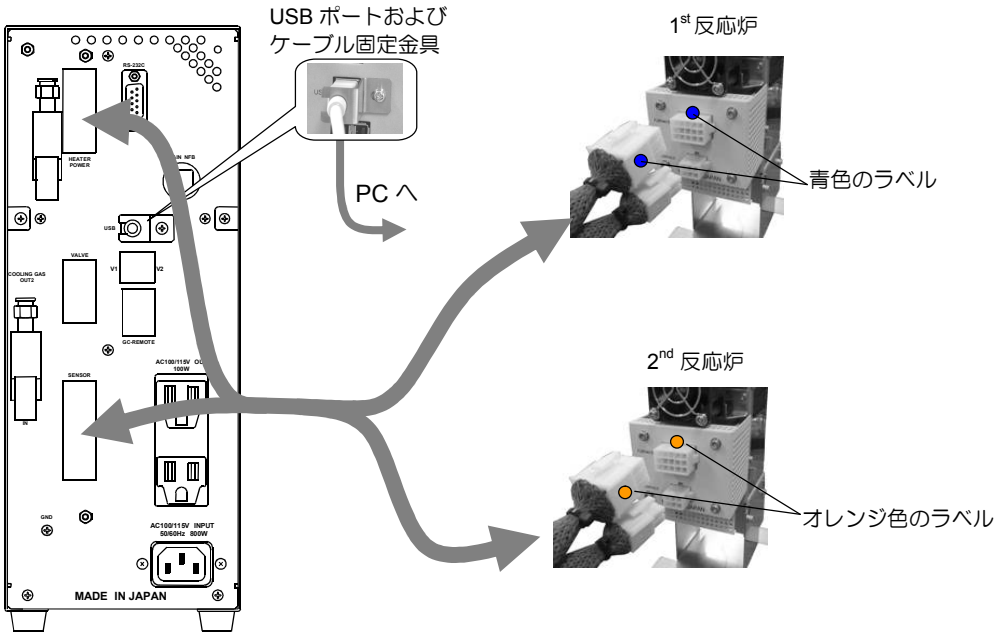


Fig.3.14　温度コントローラーと加熱炉および PC の接続

3.5.3 反応炉冷却ガスの接続

付属のナイロンチューブ（コネクター付）を用いて、コンプレッサーや窒素ガスラインなどからの冷却用ガスを、1st および 2nd 反応炉用の冷却ガス制御バルブの IN に接続します。また、ナイロンチューブ（抵抗管付き）をそれぞれの制御バルブの OUT と反応炉の冷却ガスコネクターに接続します（Fig.3.15）。

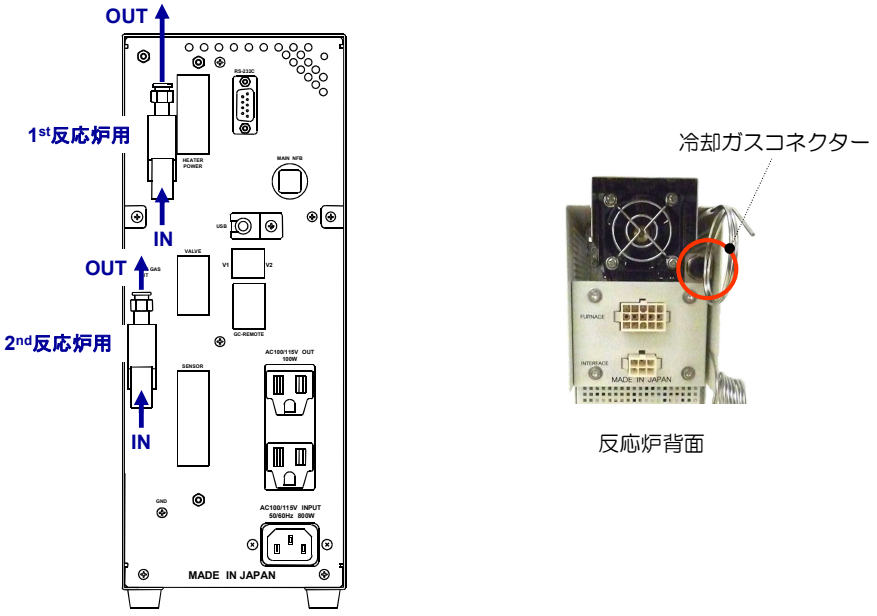


Fig.3.15　冷却用ガスの接続

3.5.4 リモート信号ケーブルの接続

GC とリモート信号ケーブルを接続します（Fig.3.16）。

3.5.5 AS-1020E 用 RS-232C ケーブルの接続

AS-1020E を使用するときは、RS-232C のケーブルは、温度コントローラーの“RS-232C”のポートに接続します（Fig.3.17）。

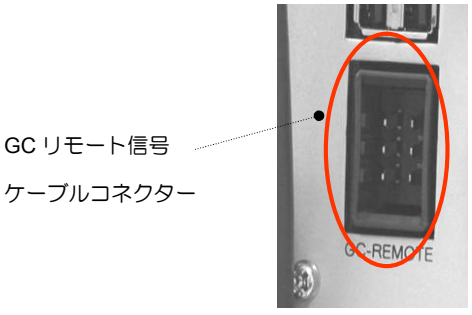


Fig.3.16　温度コントローラー背面への GC リモートケーブルの接続

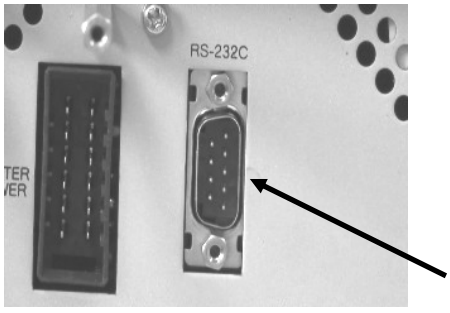


Fig.3.17　RS-232C ケーブルとの接続

3.6　キャリヤーガスのリーク検査

キャリヤーガスのリーク検査を行います。下記の手順に従って、検査を行ってください。

① GC 注入口のカラム接続口を、封止栓を用いて閉塞します。封止栓が無い場合は、カラムの代わりにワイヤーなどを接続して閉塞して下さい（Fig.3.18）。

② キャリヤーガス流量を 100 mL/min、注入口圧力を 100 kPa に設定して下さい。

③ 注入口圧力が、設定値（100 kPa）で安定することを確認してください。

④ キャリヤーガス流量を 10 mL/min に設定してください。

⑤ 注入口圧力が、設定値（100 kPa）で安定することを確認してください。

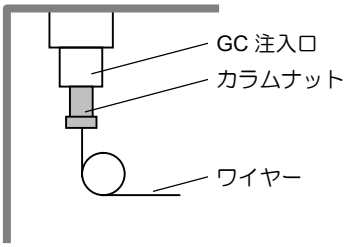


Fig.3.18　GC 注入口の閉塞

安定しない場合には、流路内にガスリークがある可能性がありますので、リークディテクターなどを用いて、ガスリークが生じている箇所を特定して、増し締めしてください。

3.7　コントロールソフトウェアのインストール

3.7.1　USB-シリアル通信のデバイスドライバーのインストール

コントロールソフトウェアのインストールの前に、USB-シリアル通信のデバイスドライバーをインストールする必要があります。

① USB ケーブルが接続されていることをご確認ください。次に温度コントローラーの電源を入れると、「新しいハードウェアが見つかりました」と、PC の画面に表示されます。

② “Rx-3050TR control software”の CD-ROM を CD ドライブに入れます。（例では、CD ドライブを D:とします）

③ セットアッププログラムが起動しますが、先に進まずに終了してください。

④ Fig. 3.19 に従って、フォルダを指定して、USB -シリアル通信デバイスドライバーをインストールしてください。

Fig.3.19　USB-シリアル通信ドライバーのインストール

3.7.2　コントロールソフトウェアのインストール

コントロールソフトェアをインストールするには、パスワードが必要です。このパスワードは弊社ホームページの専用ページで取得することができます。取得の方法についての詳細は、ソフトウェアの CD-ROM のパッケージに同梱されている説明書をご参照下さい。

① Rx-3050TR control software”の CD-ROM を PC の CD ドライブに入れてください。

② セットアッププログラムが起動しますので画面の指示に従って操作して下さい。

3.7.3　COM ポートの設定

コントロールソフトウェアを起動して、Fig. 3.20 のダイアログが表示される場合は、USB - シリアル通信のポートを指定する必要があります。

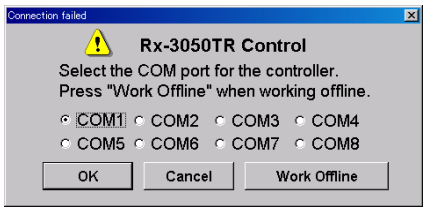


Fig.3.20　COM ポート選択ダイアログ

① Windows のコントロールパネルの“システム”で開く画面から、“ハードウェア”タブへ移動し、“デバイスマネージャ”ボタンを選択して下さい。Fig. 3.21 で、“ポート（COM と LPT）”を開き、”USB Serial Port”で使用している COM ポートの番号を確認します。

② COM ポート番号を Fig. 3.20 で選択し、OK ボタンを押すと、コントロールソフトウェアが起動します。

③ ポート番号が 1 から 8 の間にない場合、ポート番号の再設定を行います。USB Serial Port の上で、マウスを右クリックし“プロパティ” で開く画面から、“ポートの設定”タブへ移動し“詳細設定”ボタンを選択してください。Fig. 3.22 のように、Fig. 3.21 で実際に割り当てられているポート番号以外の番号で 1 から 8 の間の任意の番号を選択してください。すでに”（使用中）”との表示がある番号を選ぶと、警告ダイアログが開きますが、OK ボタンを選択してください。その後、②の手順を行ってください。

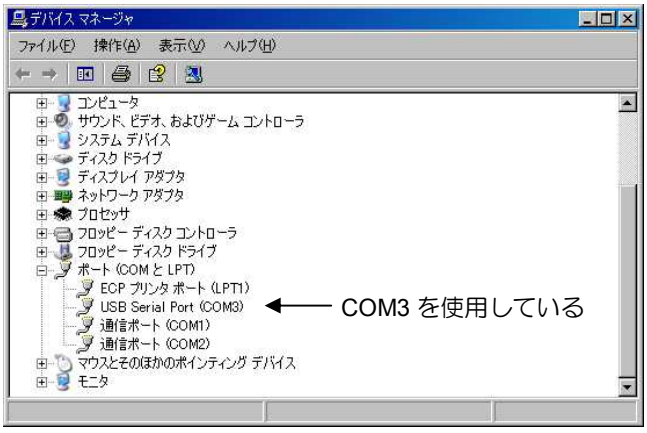


Fig. 3.21　デバイスマネージャからの COM ポートの確認

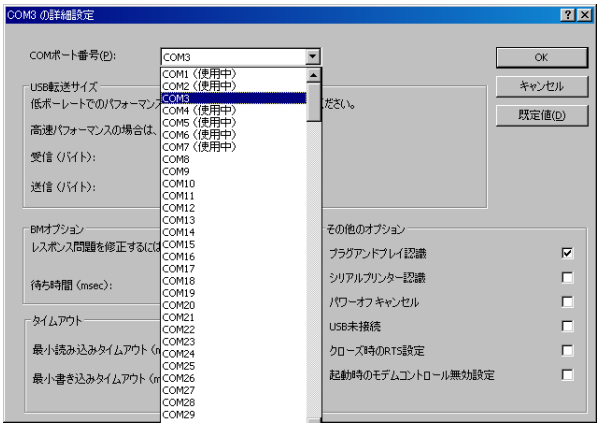


Fig.3.22　COM ポート番号の再設定

3.8　蓄熱アダプターの取付け

分析対象となる化合物が比較的高沸点の成分（炭素数が 20 以上）の場合には、1st 反応炉と 2nd 反応炉の下部に、それぞれ Rx 蓄熱アダプターと蓄熱アダプターを取付けて下さい。これにより、各接続部の保温性が向上し、高沸点化合物の回収率が向上します。

3.8.1　2nd 反応炉への蓄熱アダプターの取付け

ITF ニードル側から各 GC に対応した取付けキットに付属している蓄熱アダプターを入れ、加熱炉の底面と蓄熱アダプターの上面の間に隙間がない状態にして、ネジで固定して下さい（Fig.3.23）。

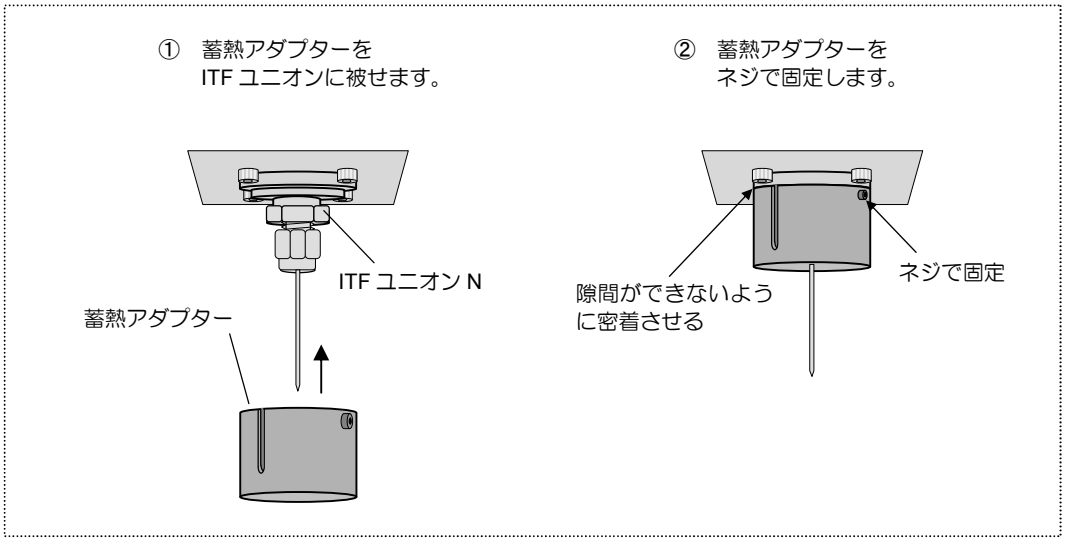


Fig.3.23　蓄熱アダプターの取付け

3.8.2　1st 反応炉への Rx 蓄熱アダプターセット A の取付け

① Rx 蓄熱アダプターA1 の取付け

Rx 蓄熱アダプターは Fig.3.24 に示す、3 つの部品により構成されています。まず、Rx 蓄熱アダプター A1 のみを取付け、側面の固定用ネジで固定します（Fig.3.25）。この際、1st 反応炉の底面と Rx 蓄熱アダプターA1 の間に隙間ができないように、Rx 蓄熱アダプターA1 を上に押しながら固定して下さい。Rx 蓄熱アダプターA2 および A3 は、③で取付けます。

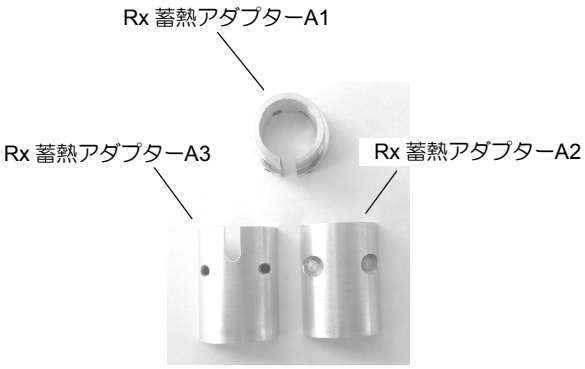


Fig.3.24　Rx 蓄熱アダプターセット A の構成

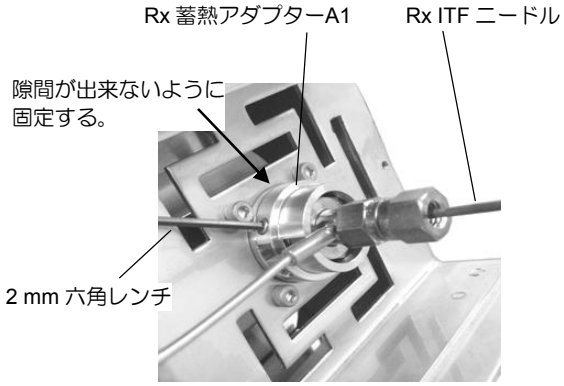


Fig.3.25　Rx 蓄熱アダプターA1 の取付け

② 1st 反応炉の 2nd 反応炉への取付け（Fig.3.26）

A.　Rx ITF ニードルクミ A の挿入

B.　Rx ITF ニードルクミ A の固定

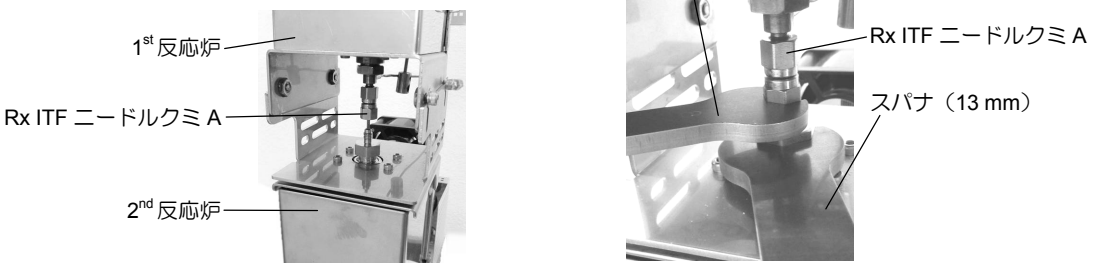
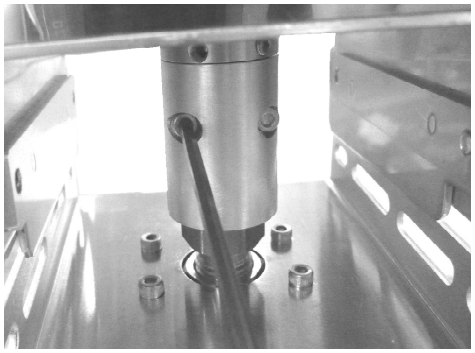


Fig.3.26　1st 反応炉の 2nd 反応炉への取付け

③ Rx 蓄熱アダプターA2 および A3 の取付け

Rx 蓄熱アダプターA2 および A3 を、①で取付けた Rx 蓄熱アダプターA1 の下部に前後から挟むように取付けます。Rx 蓄熱アダプターA2 を手前から、Rx 蓄熱アダプターA3 を奥から取付けます。また、2 mm 六角レンチで、Rx 蓄熱アダプターA2 と A3 を固定します（Fig.3.27）。



第 4 章　操作

4.1　コントロールソフトウェアの起動方法と画面の構成

4.1.1　起動方法

スタートメニューより[プログラム] – [Rx-3050TR Control] を選択します。Fig. 4.1 が表示された後に、Fig. 4.2 が表示されます。

Fig.4.1　Rx-3050TR Control の起動画面

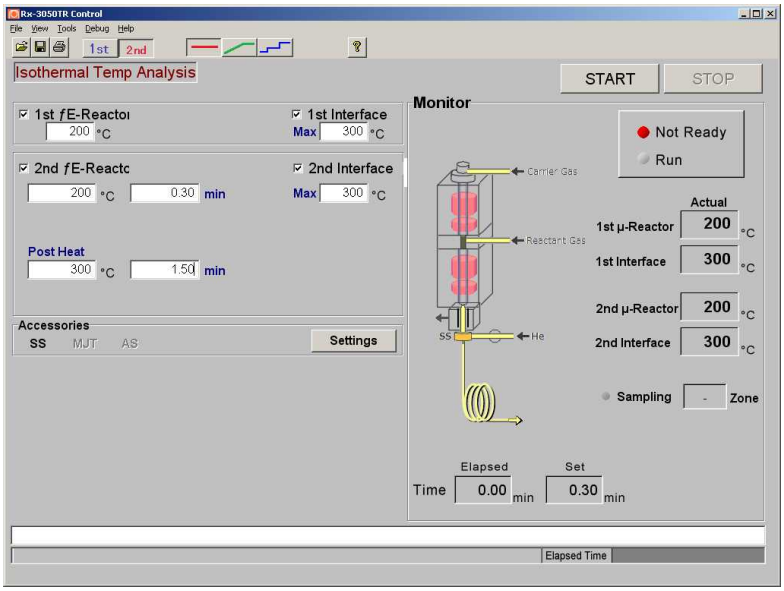


Fig.4.2　コントロールソフトウェア設定画面の一例

4.1.2　画面の構成

Fig.4.3 にメイン画面の構成を示します。各部の機能は以下のとおりです。

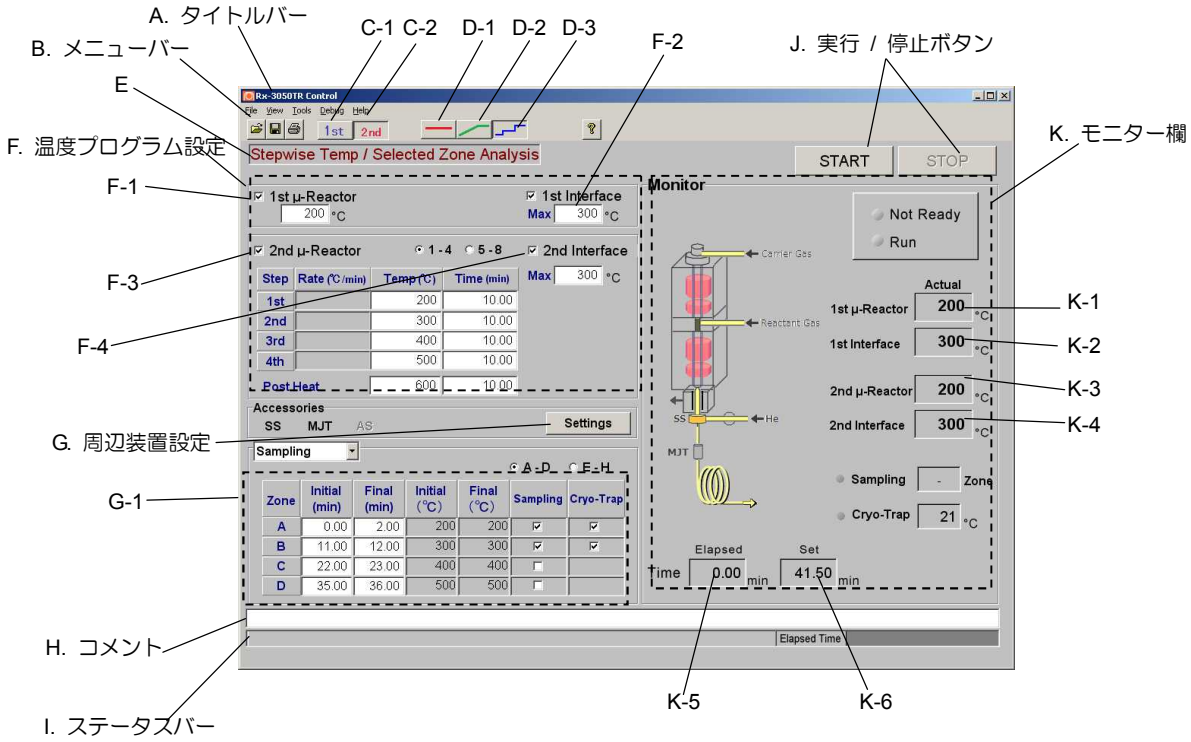


Fig.4.3　メイン画面の構成

A. タイトルバー　：現在使用しているメソッド名が表示されます。

B. メニューバー　：各メニューが表示されます。

C-1　：1st 反応炉の温度プログラムモードが選択されます。

C-2　：2nd 反応炉の温度プログラムモードが選択されます。C-1 のボタンと切替の関係になります。
1st あるいは、2nd の反応炉のみが温度プログラム可能となります。

D-1　：Isothermal Temp Analysis が選択されます。

D-2　：Linear Temp Analysis が選択されます。

D-3　：Stepwise Temp Analysis が選択されます。

E　：現在選択されている分析モードが表示されます。

F. 温度プログラム設定：温度プログラム設定を行います。
この部分の構成は選択されている分析モードにより異なります。

F-1　：1st 反応炉ヒーターの ON / OFF と温度設定を行います。
チェックボックスにチェックマークを入れるとヒーターが ON になります。

F-2　：1st インターフェースヒーターの ON / OFF と温度設定を行います。
チェックボックスにチェックマークを入れるとヒーターが ON になります。

F-3　：2nd 反応炉の温度プログラムを設定します。
チェックボックスにチェックマークを入れるとヒーターが ON になります。

F-4　：2nd インターフェースの ON / OFF と温度設定を行います。
チェックボックスにチェックマークを入れるとヒーターが ON になります。

G. 周辺装置設定　：選択的試料導入装置およびマイクロジェット・クライオトラップなど周辺装置の設定を行います。

G-1　　：サンプリングの有無、周辺装置の ON / OFF の設定を行います。
　　この部分の構成は、選択した分析モードにより異なります。

H. コメント欄　：各分析モード毎にコメントを記入できます。

I. ステータスバー：プログラムの進行状況などが表示されます。

J. スタート/ストップボタン：プログラムのスタートおよびストップを行います。

K. モニター欄　：各装置の動作状況を表示します。

K -1　　：1st 反応炉の現在温度

K -2　　：1st インターフェースの現在温度

K -3　　：2nd 反応炉の現在温度

K -4　　：2nd インターフェースの現在温度

K -5　　：分析モードの動作経過時間

K -6　　：分析モードの動作に要する時間

4.2　分析を始める前に

分析を始める前にタンデム μ リアクターの周辺装置（選択的試料導入装置・マイクロジェット・クライオトラップ等）の使用有無およびインターフェース温度とその制御モードを以下の手順により設定して下さい。

4.2.1　周辺装置の設定

4.2.1.1　インターフェース温度制御モード

① Fig.4.3 の [F] Settings ボタン を選択して下さい。Fig. 4.4 の画面が表示されます。

② 1st インターフェースと、2nd インターフェースの制御モードを Fig. 4.4 の A で Auto か Manual に設定して下さい。

4.2.1.3　使用する装置の選択

① タンデムマイクロリアクターと同時に使用する装置のチェックボックスにチェックマークを入れて下さい。

② 雰囲気ガスとして空気や一酸化炭素を用いる場合には本マニュアルの 4.2.1.4 項を参照して下さい。

③ [OK] を押して下さい。

4.2.1.2　周辺装置の略称の定義

Rx-3050TR コントロールソフトの中では、各周辺装置を下記の略称で表示しています。

① SS　　：選択的試料導入装置

② MJT　：マイクロジェット・クライオトラップ

③ AS　　：オートショット・サンプラー

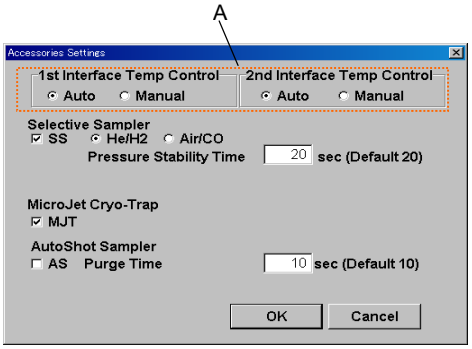


Fig.4.4　周辺装置の設定

4.2.1.4　雰囲気ガスに空気や一酸化炭素を用いる場合の設定

この項目は、雰囲気ガスに空気や一酸化炭素を用いて分析を行う方法についての説明です。この分析を行う場合には、反応を行った後にキャリヤーガスをヘリウムや水素に切換え、カラムと検出器内を置換してから測定を行う必要があります。また、この分析を自動で行うためにはマイクロジェット・クライオトラップ（MJT-1030Ex）、選択的試料導入装置（SS-1010E）が必要です。以下はこれらを用いた場合の設定方法です。

① Fig.4.3 の [F] Settings ボタン を選択して下さい。Fig. 4.5 の画面が表示されます。

② A でマイクロジェット・クライオトラップおよび選択的試料導入装置のチェックボックスにチェックマークを入れてください。

③ B の選択的試料導入装置の項目で Air/CO を選択してください。

④ C の“He/H2 Purge Time in Column”は、カラム内のヘリウムや水素ガスが空気や一酸化炭素に十分に置換するまでの時間です。通常は初期値の 2.0 min を使用して下さい。

⑤ D の“Air/CO2 Purge Time in GC/MS”は空気や一酸化炭素雰囲気中における反応が終了してから、カラムと検出器内の空気をヘリウムや水素ガスに完全に置換するまでの時間を意味します。特に質量分析計を検出器に用いる場合には、質量分析計内の空気を排出してからフィラメントに通電する必要がありますので、MS 機種によって異なりますが、通常、初期値の 7.0 min を使用して下さい。

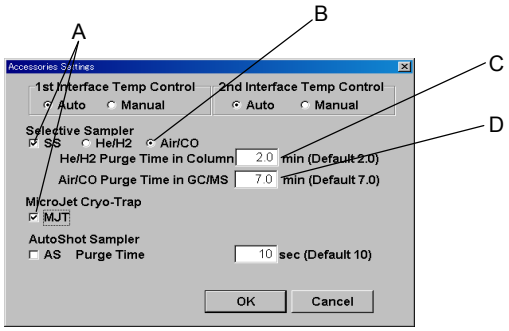


Fig.4.5　雰囲気ガスに空気を用いる場合の周辺装置の設定

注意

キャリヤーガスとして一時的に空気を使用する場合には、カラム温度を上げる前に、必ず空気からヘリウムなどの不活性ガスへの置換時間を十分にとってください。

空気が残留している状態でカラム温度が上がると、カラムに深刻なダメージを与える恐れがあります。また、質量分析計のフィラメントが切れるなどの不具合を誘発する可能性もあります。

4.2.2 インターフェース温度の設定

1st および 2nd インターフェース各温度の設定には、各反応炉温度により自動制御する Auto モードと、常に設定された一定温度で制御する Manual モードがあります。これは Fig.4.4 の A で選択します。通常は Auto モードに設定して下さい。Manual モードに設定した場合には、各インターフェースは常に Fig.4.3 の F-2 および、F-4 で設定した温度で制御されます。Auto モードを設定した場合には、インターフェース温度は反応炉の温度よりも 100ºC 高い温度で制御されますが、F-2 および F-4 で設定したインターフェース温度が上限温度となります。例として Auto モードで F-4 を 300ºC として、2nd 反応炉を 50ºC から 500ºC まで昇温した場合の温度とインターフェース温度の変化状態を Fig.4.6 に示します。インターフェースの初期温度は 150ºC に自動設定され、昇温開始後は反応炉の温度よりも 100ºC 高い温度で上昇し、最終的に上限温度の 300ºC に達します。

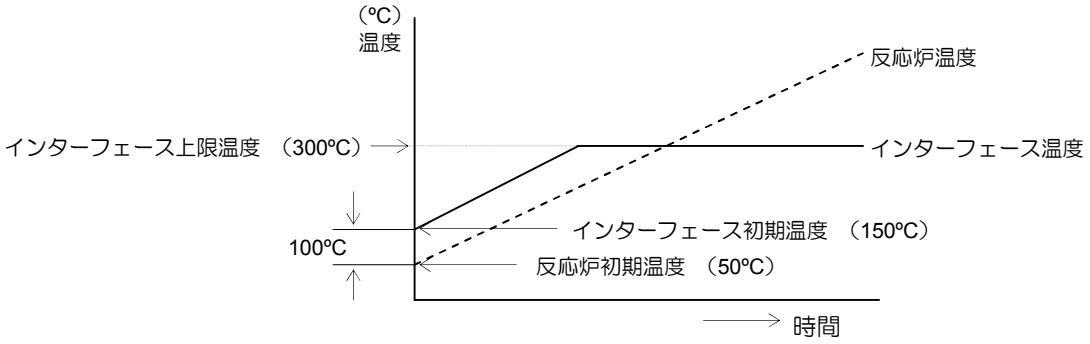


Fig.4.6　インターフェース温度の自動制御モード

4.3　各分析モードにおける条件設定と操作例

分析モードには、“Isothermal Temp Analysis”、“Linear Temp Analysis”、“Stepwise Temp Analysis”の 3 種類があり、用途に応じて使用することができます。また、触媒管の位置する 2nd 反応炉での昇温可能モードと、試料が位置する 1st 反応炉昇温可能モードの 2 種類の制御があります。それぞれ昇温の動作が異なるので、用途に応じてツールバーの”2nd”ボタンおよび、”1st”ボタンを選択してください。

4.3.1　Isothermal Temp Analysis（2nd 反応炉昇温可能モード）における設定と操作手順

ツールバーの”2nd”ボタンを選択します（A）。メニューバーから “Tools” – “Analytical Modes” – “Isothermal Tempt Analysis”を選択するか、ツールバーの“Isothermal Temp Analysis”のアイコン（B）をクリックして下さい。Fig. 4.7 の画面が表示されます。

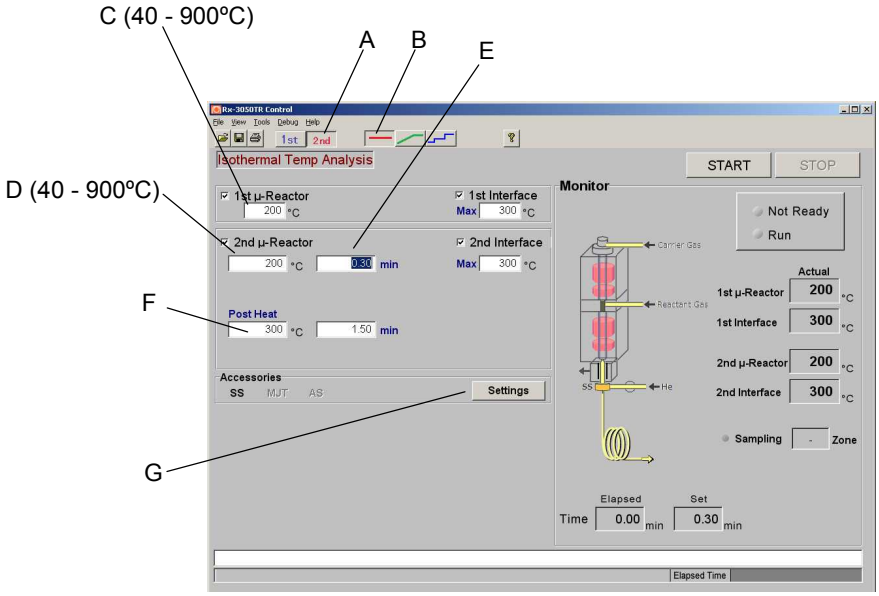


Fig.4.7　Isothermal Temp Analysis の設定画面

① C のチェックボックスを ON にして、1st 反応炉の温度を入力して下さい。（1st インターフェースも同様）

② D のチェックボックスを ON にして、2nd 反応炉の温度を入力して下さい。（2nd インターフェースも同様）

③ E に任意の時間を入力して下さい。選択的試料導入装置を使用する場合は、⑦で“Start”ボタンをクリックしてから、E に入力した時間だけ“Sampling ON”となり、分離カラムに発生ガスを導入します。

④ 測定後に、2nd 反応炉にポストヒーティングを行う場合は、F に 0ºC 以外の温度と、継続時間を入力して下さい。これは、触媒に吸着している化合物を分析毎の終了後に設定温度に加熱して脱着するために使用します。不要の際は 0ºC に設定してください。

⑤ 選択的試料導入装置、マイクロジェット・クライオトラップなどの周辺機器を自動制御する場合には、G の “Setting” ボタンを選択して表示される周辺装置設定のチェックボックスにチェックマークを入れて下さい。

⑥ 試料をカップに入れてサンプラーに付け、熱分解装置に取りつけます。次に、取付け部の死空間をパージするために約 2 分待ち、“START”ボタンを押します。

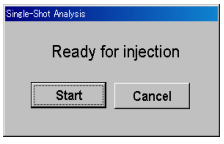


Fig.4.8　スタートダイアログボックス

⑦ GC、2 つの反応炉とインターフェース、選択的試料導入装置、マイクロジェット・クライオトラップなどの準備が確認されると Fig. 4.8 のダイアログボックスが表示されますので、手動で熱分解装置の試料落下用ボタンを押して、試料カップを落下させた直後にダイアログボックス中の“Start”ボタンをクリックするか PC キーボードの“ENTER”キーを押して下さい。

4.3.2 Linear Temp Analysis（2nd 反応炉昇温可能モード）における設定と操作手順

この分析モードでは、多段階昇温を行うことで得られる反応生成物の分析を行います。さらに、目的に応じて以下の 2 つの分析モードを切り替えます。

① Real Time Monitoring：発生ガス分析用キャピラリーチューブ（部品番号：UADTM-2.5N）で GC 注入口と検出器間を接続し、刻々と発生する反応物を直接検出器で測定を行う。エタノールを試料として測定した例を Fig.4.9 に示します。

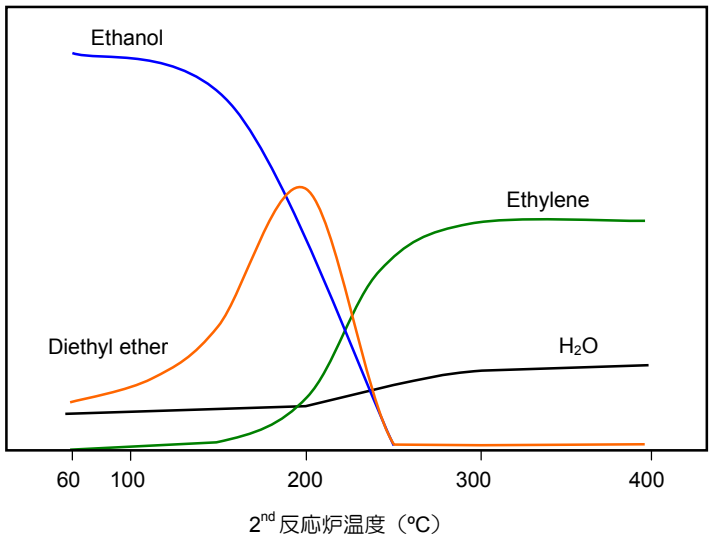


Fig.4.9 Linear Temp / Real Time Monitoring のエタノール測定例

② Selected Zone Analysis：分離カラムで GC 注入口と検出器間を接続し、特定昇温範囲で反応生成した化合物の分離分析を行う。

4.3.2.1　Linear Temp / Real Time Monitoring における設定と操作手順

ツールバーの”2nd”ボタンを選択します（A）。メニューバーから“Tools”–“Analytical Modes”–“Linear Temp Analysis”を選択するか、ツールバーの“Linear Temp Analysis”のアイコン（B）をクリックして下さい。

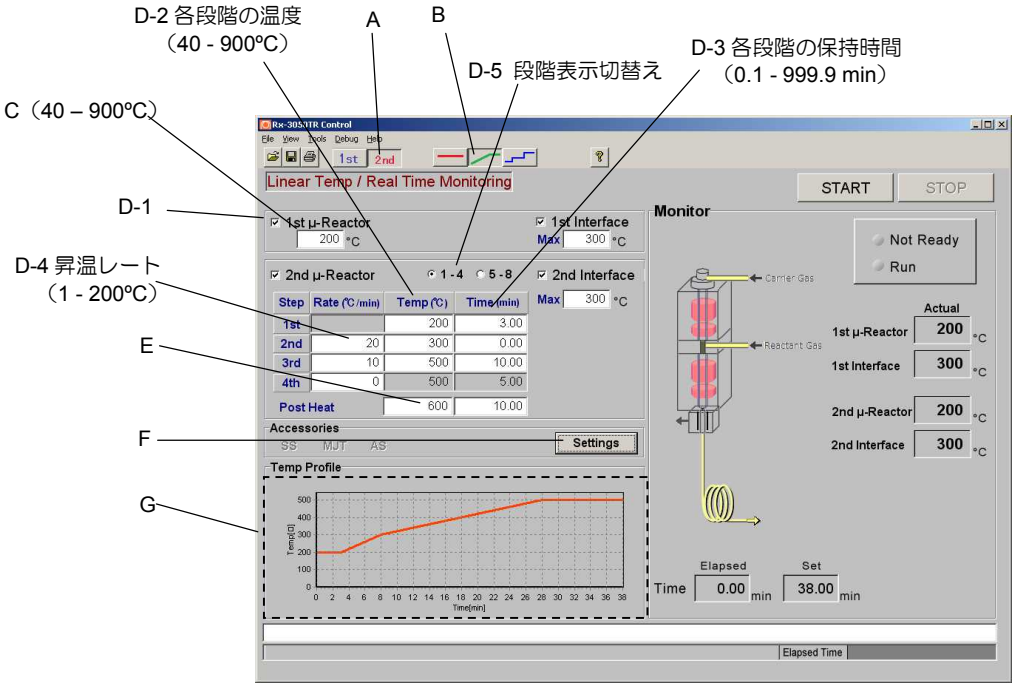


Fig.4.10　Linear Temp / Real Time Monitoring の設定画面

① Fig. 4.10 F の“Settings”から開くダイアログで**選択的試料導入装置のチェックをオフ**にすることで、分析モードを Real Time Monitoring とします。

② C のチェックボックスを ON にして、1st 反応炉の温度を入力して下さい。（1st インターフェースも同様）

③ D-1 のチェックボックスを ON にしてください（2nd インターフェースも同様にして、設定温度を入力して下さい）。

④ D-2, D-3, D-4 に各段階の 2nd 反応炉の温度と保持時間と昇温レートを入力してください。Rate に 0ºC を入力すると、それ以降の温度段階は実行しません。最大 8 段階まで設定可能です。ここで入力した温度のプロファイルは F に表示されます。

⑤ 測定後に、2nd 反応炉にポストヒーティングを行う場合は、E に 0ºC 以外の温度と、継続時間を入力して下さい。これは、触媒に吸着している化合物を分析毎の終了後に設定温度に加熱して脱着するために使用します。不要の際は 0ºC に設定してください。

⑥ 試料を導入し、“START”ボタンを押して下さい。

⑦　GC、2 つの反応炉とインターフェースなどの準備ができると Fig. 4.11 のダイアログボックスが表示されます。（安定化時間を待つ必要がない場合は、ESC キーを押すことで先に進むことができます。）

⑧　ダイアログボックス中の“Start”ボタンをクリックするか PC キーボードの“ENTER”キーを押して下さい。同時に GC がスタートします。

⑨　温度プログラムが終了したら、2nd 反応炉の温度は 1st Step に設定した初期温度に戻ります。

以上で一連の操作は終了です。一連の操作の模式図を Fig. 4.12 に示します。

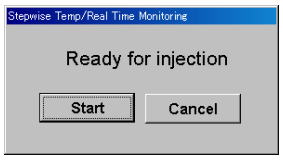


Fig.4.11　スタートダイアログボックス

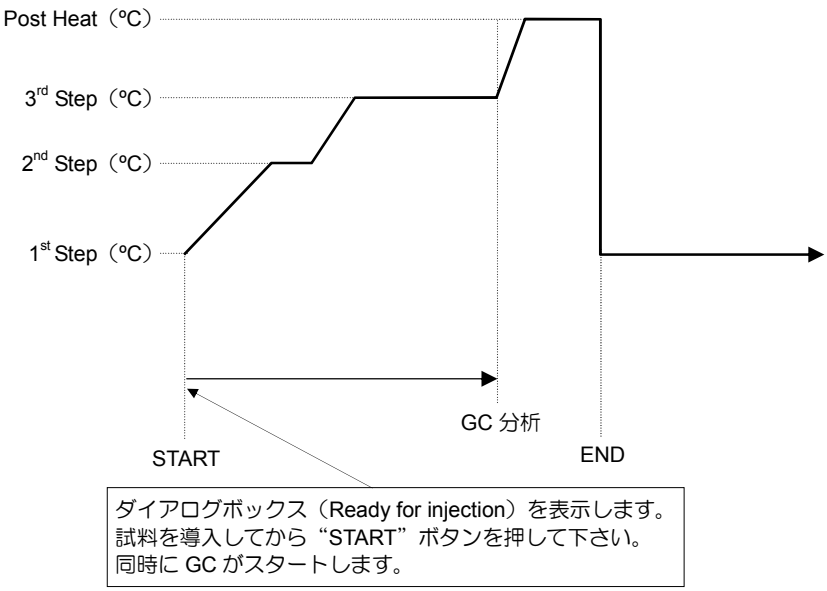


Fig.4.12　Linear Temp / Real Time Monitoring のプログラム実行模式図

4.3.2.2　Linear Temp / Selected Zone Analysis における設定と操作手順

このモードで分析を行うためには、選択的試料導入装置が必要です。また、発生ガス中の C15 以下の低沸点成分も分析したい場合には、冷却トラップが必要となりますのでマイクロジェット・クライオトラップをご使用されることをお勧めします。ただし、サンプリング時間が数秒のときは、冷却捕集は不要です。

ツールバーの”2nd”ボタンを選択します（A）。メニューバーから“Tools”–“Analytical Modes”–“Linear Temp / Selected Zone Analysis”を選択するか、ツールバーの“Linear Temp / Selected Zone Analysis”のアイコン（B）をクリックして下さい。Fig.4.13 が表示されます。

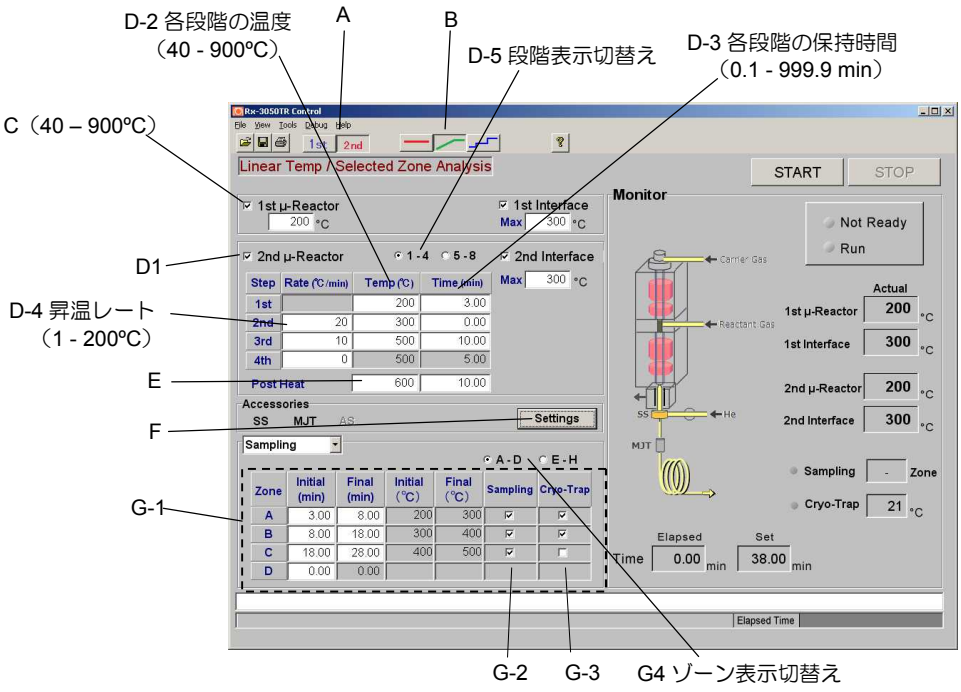


Fig.4.13　Linear Temp / Selected Zone Analysis の設定画面

① F の“Settings”から開くダイアログで選択的試料導入装置のチェックをオンにすることで、分析モードを Selected Zone Analysis とします。

② C のチェックボックスを ON にして、1st 反応炉の温度を入力して下さい。（1st インターフェースも同様）

③ D-1 のチェックボックスを ON にしてください。（2nd インターフェースも同様にして、設定温度を入力して下さい）

④ D-2, D-3, D-4 に各段階の 2nd 反応炉の温度と保持時間と昇温レートを入力してください。Rate に 0ºC を入力すると、それ以降の温度段階は実行しません。最大 8 段まで設定可能です。ここで入力した温度のプロファイルは E に表示されます。

⑤ 測定後に、2nd 反応炉にポストヒーティングを行う場合は、E に 0ºC 以外の温度と、継続時間を入力して下さい。これは、触媒に吸着している化合物を分析毎の終了後に設定温度に加熱して脱着するために使用します。不要の際は 0ºC に設定してください。

⑥ 選択的試料導入装置に加えて、マイクロジェット・クライオトラップを自動制御する場合には、F の“Settings”から開くダイアログで項目にチェックマークを入れてください。

⑦ サンプリングを行う時間範囲を F-1 のゾーン A から入力してください。ゾーンは最大 8 個まで入力可能です。また、サンプリングの有無は F-2 のチェックボックスで、冷却捕集は F-3 のチェックボックスで設定を行います。

⑧ 試料を導入し、“START”ボタンを押して下さい。

⑨ GC、2 つの反応炉とインターフェース、選択的試料導入装置などの準備ができると Fig. 4.14 のダイアログボックスが表示されます。（安定化時間を待つ必要がない場合は、ESC キーを押すことで先に進むことができます。）

⑩ ダイアログボックス中の“Start”ボタンをクリックするか PC キーボードの“ENTER”キーを押して下さい。C で設定した温度プログラムが実行します。

⑪ G で設定したゾーンの時間範囲で選択的試料導入装置が ON となり、時間範囲が終了すると GC 分析がスタートします。GC 分析が終了するまで、温度プログラムは次のゾーンの開始時間で待機状態となります。その後、次のゾーンを同様に実行します。

⑫ 温度プログラムとポストヒーティングが終了したら、2nd 反応炉の温度は 1st Step に設定した初期温度に戻ります。

以上で一連の操作は終了です。一連の操作の模式図を Fig. 4.15 に示します。

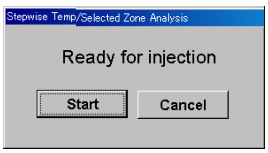


Fig. 4.14 スタートダイアログボックス

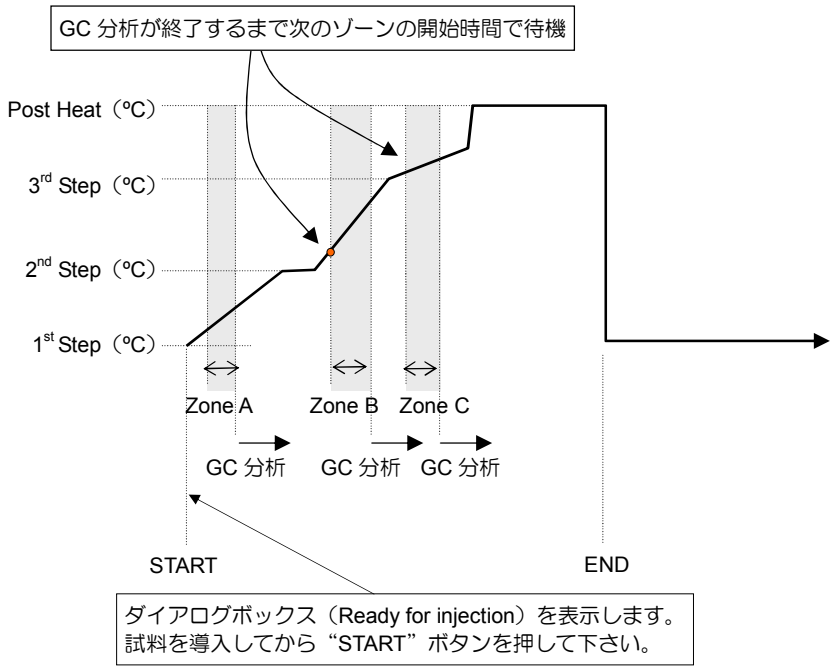


Fig. 4.15 Linear Temp / Selected Zone Analysis のプログラム実行模式図

4.3.3　Stepwise Temp Analysis（2nd 反応炉昇温可能モード）における設定と操作手順

この分析モードでは、多段階一定温度における反応生成物の分析を行います。さらに、目的に応じて以下の 2 つの分析モードを切り替えます。

① Real Time Monitoring：発生ガス分析用キャピラリーチューブ（部品番号：UADTM-2.5N）で GC 注入口と検出器間を接続し、刻々と発生する反応生成物を直接検出器で測定を行う。エタノールを試料として測定した例を Fig.4.16 に示します。

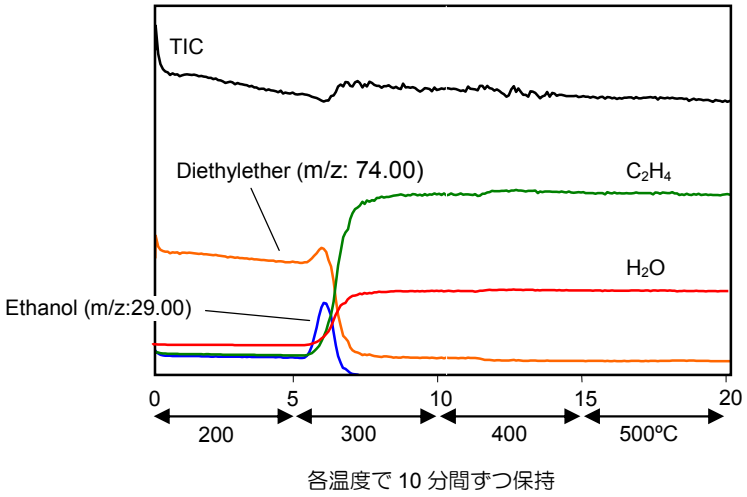


Fig.4.16　Stepwise Temp / Real Time Monitoring のエタノール測定の一例

② Selected Zone Analysis：分離カラムで GC 注入口と検出器間を接続し、特定温度範囲で反応生成した化合物の分離分析を行う。

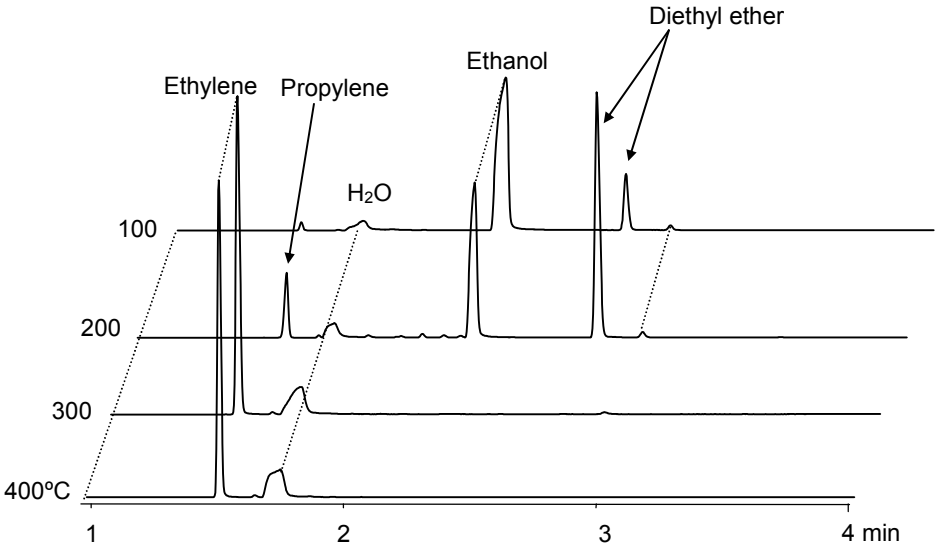


Fig. 4.17　Stepwise Temp / Selected Zone Analysis のエタノール測定の一例

4.3.3.1　Stepwise Temp / Real Time Monitoring における設定と操作手順

ツールバーの”2nd”ボタンを選択します（A）。メニューバーから“Tools”–“Analytical Modes”–“Stepwise Temp Analysis”を選択するか、ツールバーの“Stepwise Temp Analysis”のアイコン（B）をクリックして下さい。Fig.4.18 が表示されます。

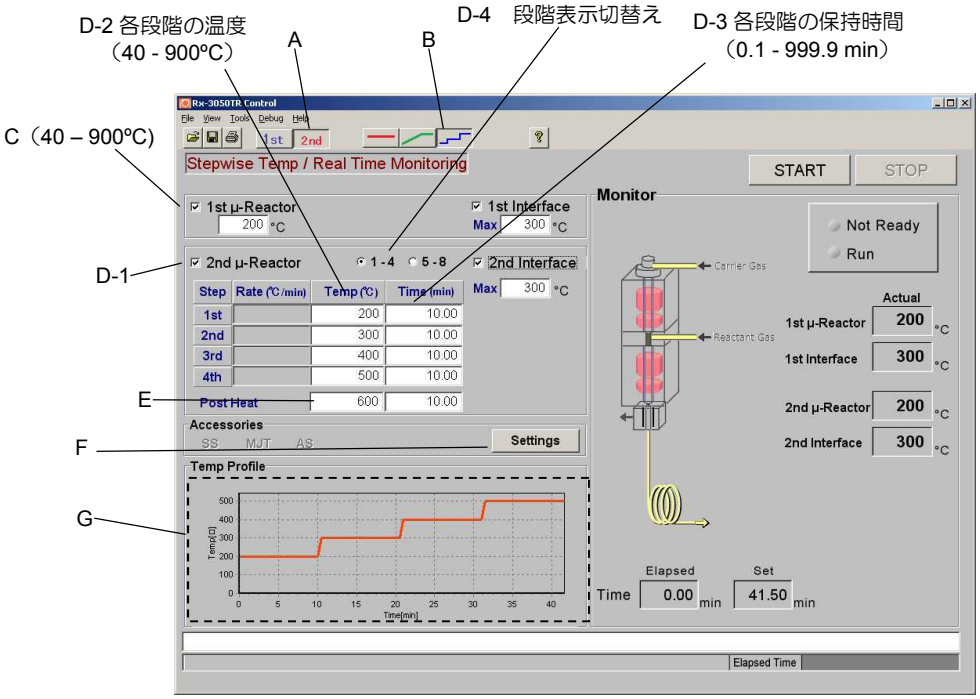


Fig.4.18　Stepwise Temp / Real Time Monitoring の設定画面

① Fig. 4.18 F の“Settings”から開くダイアログで**選択的試料導入装置のチェックをオフにする**ことで、分析モードを Real Time Monitoring とします。

② C のチェックボックスを ON にして、1st 反応炉の温度を入力して下さい。（1st インターフェースも同様）

③ D-1 のチェックボックスを ON にしてください。（2nd インターフェースも同様にして、設定温度を入力して下さい）

④ D-2, D-3 に各段階の 2nd 反応炉の温度と保持時間を入力してください。Temp に 0ºC を入力すると、それ以降の温度段階は実行しません。最大 8 段階まで設定可能です。ここで入力した温度のプロファイルは F に表示されます。各段階間の所要時間は昇温速度 200ºC/min で計算されています。

⑤ 測定後に、2nd 反応炉にポストヒーティングを行う場合は、E に 0ºC 以外の温度と、継続時間を入力して下さい。これは、触媒に吸着している化合物を分析毎の終了後に設定温度に加熱して脱着するために使用します。不要の際は 0ºC に設定してください。

⑥ 試料を導入し、“START”ボタンを押して下さい。

⑦ GC、2 つの反応炉とインターフェースなどの準備ができると Fig. 4.19 のダイアログボックスが表示されます。（安定化時間を待つ必要がない場合は、ESC キーを押すことで先に進むことができます。）

⑧ ダイアログボックス中の“Start”ボタンをクリックするか PC キーボードの“ENTER”キーを押して下さい。同時に GC がスタートします。

⑨ 温度プログラムとポストヒーティングが終了したら、2nd 反応炉の温度は 1st Step に設定した初期温度に戻ります。

以上で一連の操作は終了です。一連の操作の模式図を Fig. 4.20 に示します。また、応用例を Fig. 4.16 に示します。

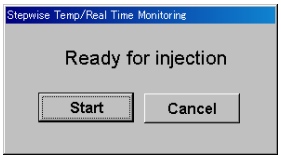


Fig. 4.19 スタートダイアログボックス

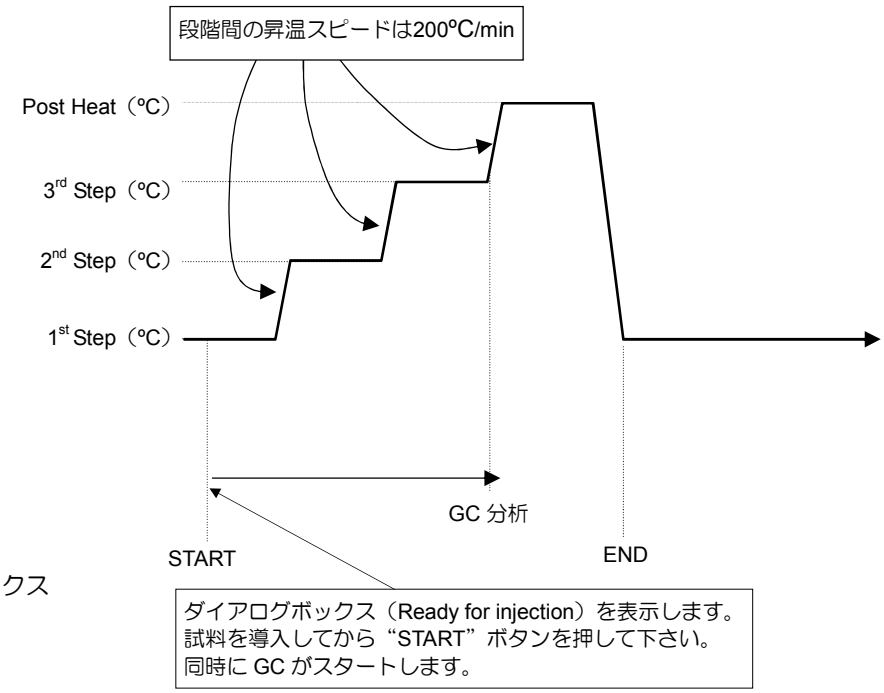


Fig. 4.20 Stepwise Temp / Real Time Monitoring のプログラム実行模式図

4.3.3.2　Stepwise Temp / Selected Zone Analysis における設定と操作手順

このモードで分析を行うためには、選択的試料導入装置が必要です。また、発生ガス中の C15 以下の低沸点成分も分析したい場合には、冷却トラップが必要となりますのでマイクロジェット・クライオトラップをご使用されることをお勧めします。ただし、サンプリング時間が数秒のときは、冷却捕集は不要です。

ツールバーの”2nd”ボタンを選択します（A）。メニューバーから“Tools”–“Analytical Modes”–“Stepwise Temp Analysis”を選択するか、ツールバーの“Stepwise Temp　Analysis”のアイコン（B）をクリックして下さい。Fig.4.21 が表示されます。

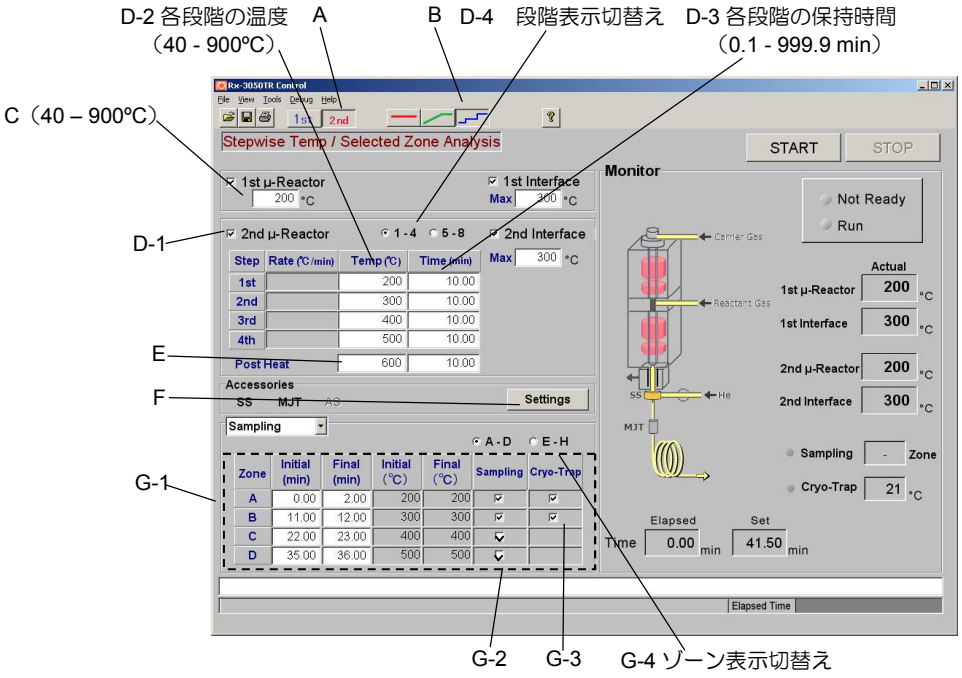


Fig.4.21　Stepwise Temp / Selected Zone Analysis の設定画面

① F の“Settings”から開くダイアログで**<u>選択的試料導入装置のチェックをオン</u>**にすることで、分析モードを Selected Zone Analysis とします。

② C のチェックボックスを ON にして、1st 反応炉の温度を入力して下さい。（1st インターフェースも同様）

③ D-1 のチェックボックスを ON にしてください。（2nd インターフェースも同様にして、設定温度を入力して下さい）

④ D-2, D-3 に各段階の 2nd 反応炉の温度と保持時間を入力してください。Temp に 0ºC を入力すると、それ以降の温度段階は実行しません。最大 8 段階まで設定可能です。段階間の昇温速度は 200ºC/min で計算されています。

⑤ 測定後に、2nd 反応炉にポストヒーティングを行う場合は、E に 0ºC 以外の温度と、継続時間を入力して下さい。これは、触媒に吸着している化合物を分析毎の終了後に設定温度に加熱して脱着するために使用します。不要の際は 0ºC に設定してください。

⑥ 選択的試料導入装置に加えて、マイクロジェット・クライオトラップを自動制御する場合には、F の“Settings”から開くダイアログで項目にチェックマークを入れてください。

⑦ サンプリングを行う時間範囲を G-1 のゾーン A から入力してください。ゾーンは最大 8 個まで入力可能です。また、サンプリングの有無は G-2 のチェックボックスで、冷却捕集は G-3 のチェックボックスで設定を行います。

⑧　試料を導入し、“START”ボタンを押して下さい。

⑨　GC、2 つの反応炉とインターフェース、選択的試料導入装置などの準備ができると Fig. 4.22 のダイアログボックスが表示されます。（安定化時間を待つ必要がない場合は、ESC キーを押すことで先に進むことができます。）

⑩　ダイアログボックス中の“Start”ボタンをクリックするか PC キーボードの“ENTER”キーを押して下さい。D で設定した温度プログラムが実行します。

⑪　G で設定したゾーンの時間範囲で選択的試料導入装置が ON となり、時間範囲が終了すると GC 分析がスタートします。GC 分析が終了するまで、温度プログラムは次のゾーンの開始時間で待機状態となります。その後、次のゾーンを同様に実行します。

⑫　温度プログラムとポストヒーティングが終了したら、2nd 反応炉の温度は 1st Step に設定した初期温度に戻ります。

以上で一連の操作は終了です。一連の操作の模式図を Fig. 4.23 に示します。

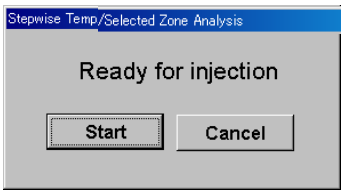


Fig. 4.22 スタート ダイアログボックス

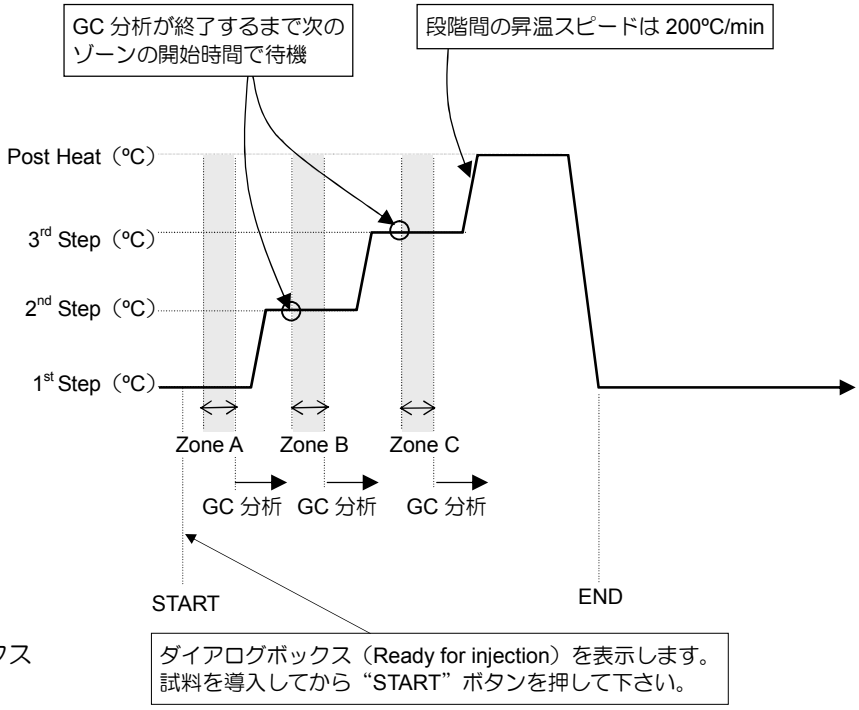


Fig. 4.23 Stepwise Temp / Real Time Monitoring のプログラム実行模式図

4.3.4　Isothermal Temp Analysis（1st 反応炉昇温可能モード）における設定と操作手順

ツールバーの”1st”ボタンを選択します（A)。メニューバーから“Tools”–“Analytical Modes”–“Isothermal Tempt Analysis”を選択するか、ツールバーの“Isothermal Temp Analysis”のアイコン（B）をクリックして下さい。Fig. 4.24 の画面が表示されます。

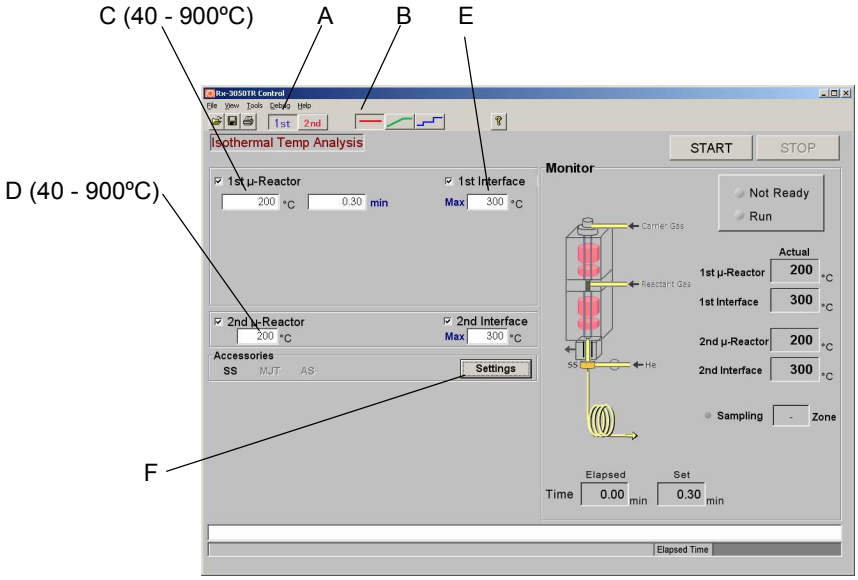


Fig.4.24　Isothermal Temp Analysis の設定画面

①　C のチェックボックスを ON にして、1st 反応炉の温度を入力して下さい。（1st インターフェースも同様）

②　D のチェックボックスを ON にして、2nd 反応炉の温度を入力して下さい。（2nd インターフェースも同様）

③　E に任意の時間を入力して下さい。選択的試料導入装置を使用する場合は、⑦で“Start”ボタンをクリックしてから、E に入力した時間だけ“Sampling ON”となり、分離カラムに発生ガスを導入します。

④　選択的試料導入装置、マイクロジェット・クライオトラップなどの周辺機器を自動制御する場合には、F の“Setting”ボタンを選択して表示される周辺装置設定のチェックボックスにチェックマークを入れて下さい。

⑤　試料をカップに入れてサンプラーに付け、1st 反応炉に取りつけます。次に、取付け部の死空間をパージするために約 2 分待ち、“START”ボタンを押します。

⑥　GC、2 つの反応炉とインターフェース、選択的試料導入装置、マイクロジェット・クライオトラップなどの準備が確認されると Fig. 4.25 のダイアログボックスが表示されますので、手動で 1st 反応炉の試料落下用ボタンを押して、試料カップを落下させた直後にダイアログボックス中の“Start”ボタンをクリックするか PC キーボードの“ENTER”キーを押して下さい。

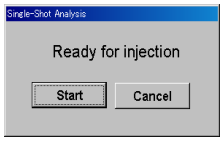


Fig.4.25　スタートダイアログボックス

4.3.5　Linear Temp Analysis（1st 反応炉昇温可能モード）における設定と操作手順

この分析モードでは、固体試料を導入した 1st 反応炉で、多段階昇温を行うことで得られる生成物の分析を行います。さらに、目的に応じて以下の 2 つの分析モードを切り替えます。

① Real Time Monitoring：発生ガス分析用キャピラリーチューブ（部品番号：UADTM-2.5N）で GC 注入口と検出器間を接続し、刻々と発生する反応物を直接検出器で測定を行う。

② Selected Zone Analysis：分離カラムで GC 注入口と検出器間を接続し、特定昇温範囲で反応生成した化合物の分離分析を行う。

4.3.5.1　Linear Temp / Real Time Monitoring における設定と操作手順

ツールバーの”1st”ボタンを選択します（A）。メニューバーから“Tools”–“Analytical Modes”–“Linear Temp Analysis”を選択するか、ツールバーの“Linear Temp Analysis”のアイコン（B）をクリックして下さい。

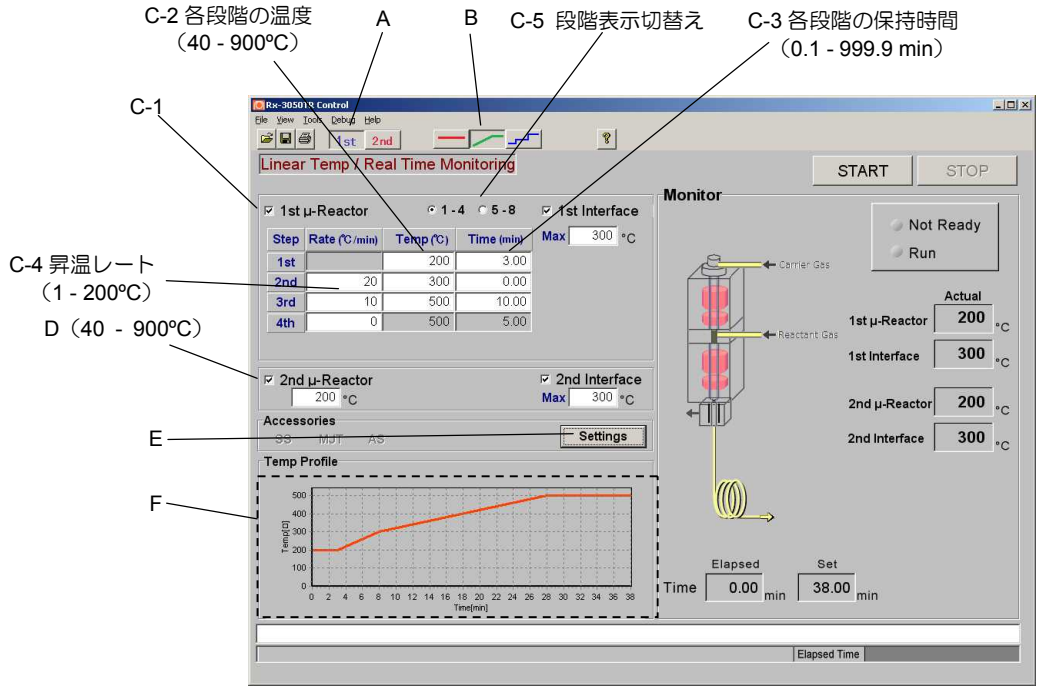


Fig.4.26　Linear Temp / Real Time Monitoring の設定画面

① Fig. 4.26 E の“Settings”から開くダイアログで**選択的試料導入装置のチェックをオフ**にすることで、分析モードを Real Time Monitoring とします。

② C-1 のチェックボックスを ON にして下さい。（1st インターフェースも同様にして設定温度を入力してください）

③ C-2, C-3, C-4 に各段階の 1st 反応炉の温度と保持時間と昇温レートを入力してください。Rate に 0ºC を入力すると、それ以降の温度段階は実行しません。最大 8 段階まで設定可能です。ここで入力した温度のプロファイルは F に表示されます。

④ D のチェックボックスを ON にしてください（2nd インターフェースも同様にして、設定温度を入力して下さい）。

⑤ 試料を導入し、“START”ボタンを押して下さい。

⑥ GC、2 つの反応炉とインターフェースなどの準備ができると Fig. 4.27 のダイアログボックスが表示されます。（安定化時間を待つ必要がない場合は、ESC キーを押すことで先に進むことができます。）

⑦ ダイアログボックス中の“Start”ボタンをクリックするか PC キーボードの“ENTER”キーを押して下さい。同時に GC がスタートします。

⑧ 温度プログラムが終了したら、1st 反応炉の温度は 1st Step に設定した初期温度に戻ります。

以上で一連の操作は終了です。一連の操作の模式図を Fig. 4.28 に示します。

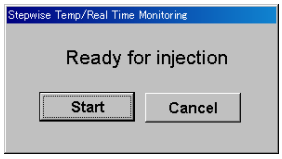


Fig.4.27　スタートダイアログボックス

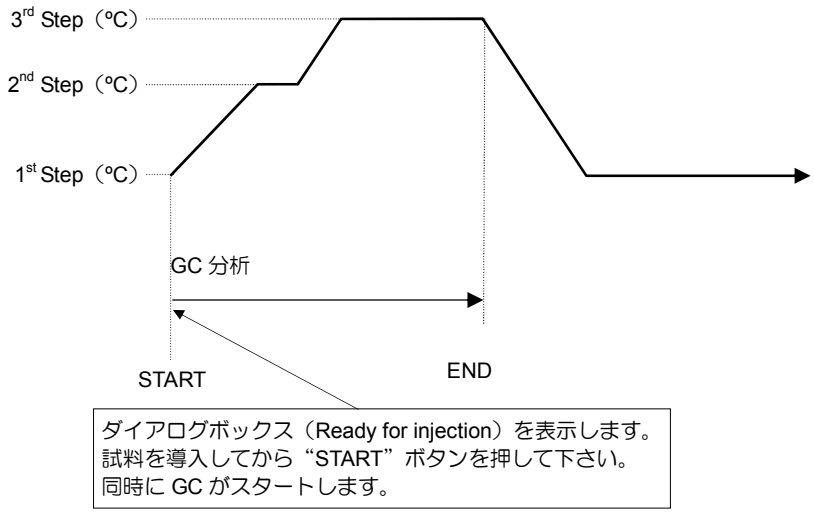


Fig.4.28　Linear Temp / Real Time Monitoring のプログラム実行模式図

4.3.5.2　Linear Temp / Selected Zone Analysis における設定と操作手順

このモードで分析を行うためには、選択的試料導入装置が必要です。また、発生ガス中の C15 以下の低沸点成分も分析したい場合には、冷却トラップが必要となりますのでマイクロジェット・クライオトラップをご使用されることをお勧めします。ただし、サンプリング時間が数秒のときは、冷却捕集は不要です。

ツールバーの”1st”ボタンを選択します（A）。メニューバーから“Tools”–“Analytical Modes”–“Linear Temp / Selected Zone Analysis”を選択するか、ツールバーの“Linear Temp / Selected Zone Analysis”のアイコン（B）をクリックして下さい。Fig.4.29 が表示されます。

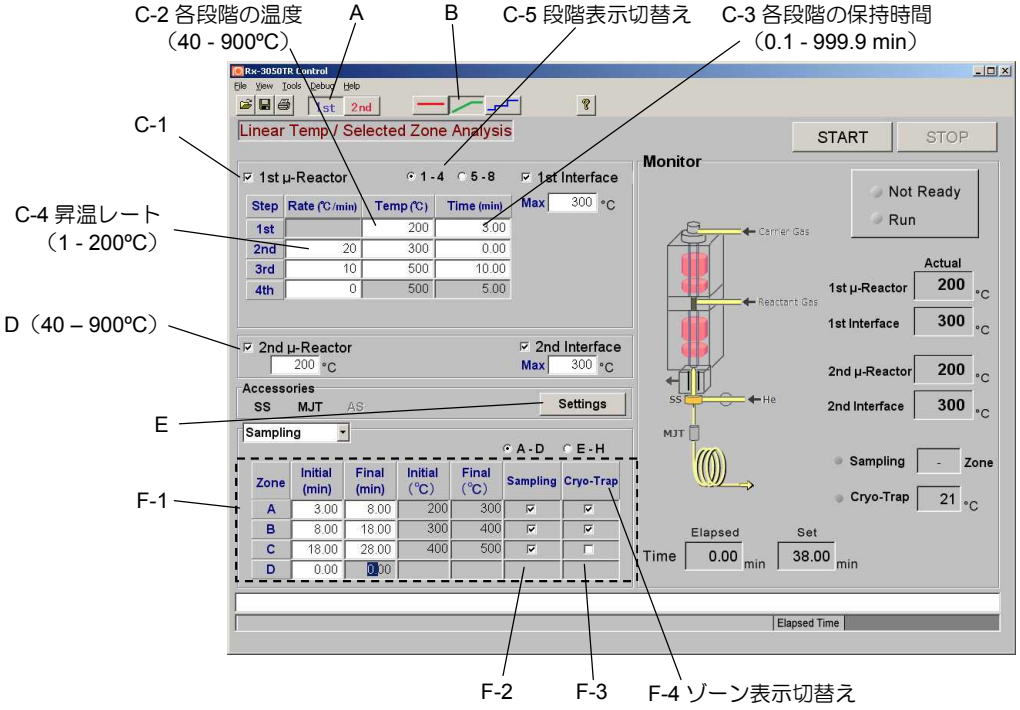


Fig.4.29　Linear Temp / Selected Zone Analysis の設定画面

① E の“Settings”から開くダイアログで選択的試料導入装置のチェックをオンにすることで、分析モードを Selected Zone Analysis とします。

② C のチェックボックスを ON にしてください。（1st インターフェースも同様にして、設定温度を入力して下さい）

③ C-2, C-3, C-4 に各段階の 1st 反応炉の温度と保持時間と昇温レートを入力してください。Rate に 0ºC を入力すると、それ以降の温度段階は実行しません。最大 8 段まで設定可能です。ここで入力した温度のプロファイルは F に表示されます。

④ D のチェックボックスを ON にして、2nd 反応炉の温度を入力してください。（2nd インターフェースも同様）

⑤ 選択的試料導入装置に加えて、マイクロジェット・クライオトラップを自動制御する場合には、E の“Settings”から開くダイアログで項目にチェックマークを入れてください。

⑥ サンプリングを行う時間範囲を F-1 のゾーン A から入力してください。ゾーンは最大 8 個まで入力可能です。また、サンプリングの有無は F-2 のチェックボックスで、冷却捕集は F-3 のチェックボックスで設定を行います。

⑦ 試料を導入し、“START”ボタンを押して下さい。

⑧ GC、2 つの反応炉とインターフェース、選択的試料導入装置などの準備ができると Fig. 4.30 のダイアログボックスが表示されます。（安定化時間を待つ必要がない場合は、ESC キーを押すことで先に進むことができます。）

⑨ ダイアログボックス中の“Start”ボタンをクリックするか PC キーボードの“ENTER”キーを押して下さい。C で設定した温度プログラムが実行します。

⑩ F で設定したゾーンの時間範囲で選択的試料導入装置が ON となり、時間範囲が終了すると GC 分析がスタートします。GC 分析が終了するまで、温度プログラムは次のゾーンの開始時間で待機状態となります。その後、次のゾーンを同様に実行します。

⑪ 温度プログラムが終了したら、1st 反応炉の温度は 1st Step に設定した初期温度に戻ります。

以上で一連の操作は終了です。一連の操作の模式図を Fig. 4.31 に示します。

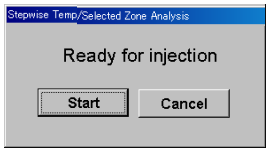


Fig. 4.30 スタートダイアログボックス

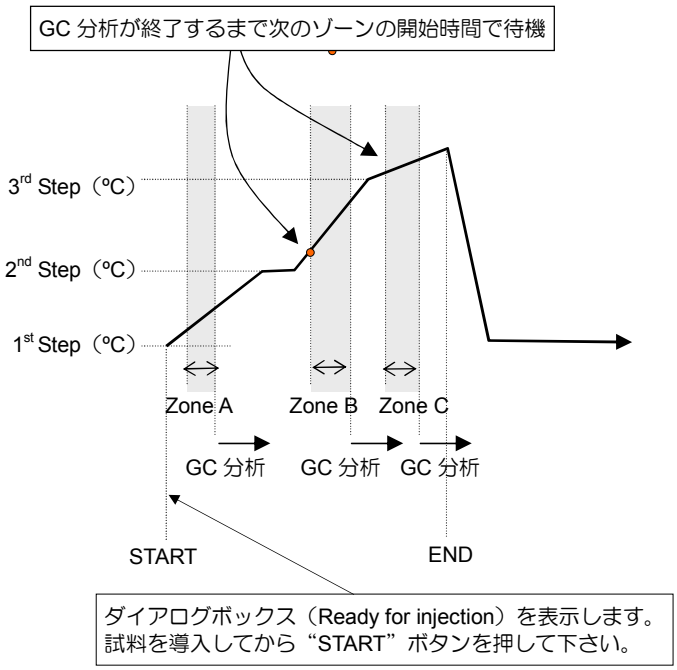


Fig. 4.31 Linear Temp / Selected Zone Analysis のプログラム実行模式図

4.3.6 Stepwise Temp Analysis（1st 反応炉昇温可能モード）における設定と操作手順

この分析モードでは、多段階一定温度における反応生成物の分析を行います。さらに、目的に応じて以下の 2 つの分析モードを切り替えます。

① Real Time Monitoring：発生ガス分析用キャピラリーチューブ（部品番号：UADTM-2.5N）で GC 注入口と検出器間を接続し、刻々と発生する反応生成物を直接検出器で測定を行う。

② Selected Zone Analysis：分離カラムで GC 注入口と検出器間を接続し、特定昇温範囲で反応生成した化合物の分離分析を行う。

4.3.6.1 Stepwise Temp / Real Time Monitoring における設定と操作手順

ツールバーの”1st”ボタンを選択します（A）。メニューバーから“Tools”–“Analytical Modes”–“Stepwise Temp Analysis”を選択するか、ツールバーの“Stepwise Temp Analysis”のアイコン（B）をクリックして下さい。Fig.4.32 が表示されます。

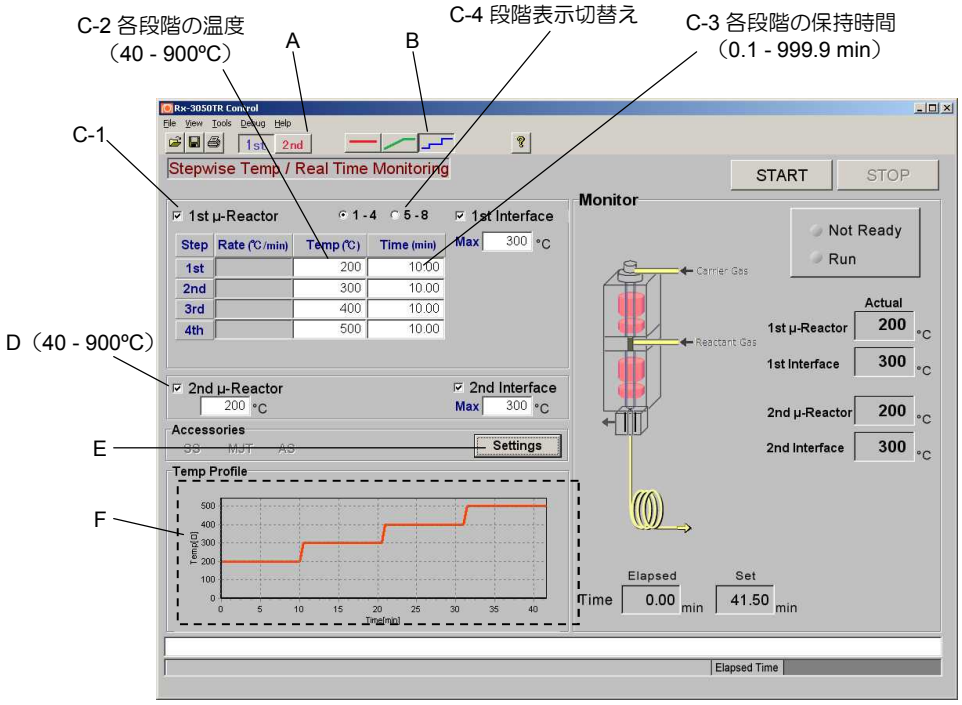


Fig.4.32　Stepwise Temp / Real Time Monitoring の設定画面

① Fig. 4.32 E の“Settings”から開くダイアログで**選択的試料導入装置のチェックをオフにする**ことで、分析モードを Real Time Monitoring とします。

② C-1 のチェックボックスを ON にしてください。（1st インターフェースも同様にして、設定温度を入力して下さい）

③ C-2, C-3 に各段階の 1st 反応炉の温度と保持時間を入力してください。Temp に 0ºC を入力すると、それ以降の温度段階は実行しません。最大 8 段階まで設定可能です。ここで入力した温度のプロファイルは F に表示されます。各段階間の所要時間は昇温速度 200ºC/min で計算されています。

④ D のチェックボックスを ON にして、2nd 反応炉の温度を入力して下さい。（2nd インターフェースも同様）

⑤ 試料を導入し、“START”ボタンを押して下さい。

⑥ GC、2 つの反応炉とインターフェースなどの準備ができると Fig. 4.33 のダイアログボックスが表示されます。（安定化時間を待つ必要がない場合は、ESC キーを押すことで先に進むことができます。）

⑦ ダイアログボックス中の“Start”ボタンをクリックするか PC キーボードの“ENTER”キーを押して下さい。同時に GC がスタートします。

⑧ 温度プログラムとポストヒーティングが終了したら、2nd 反応炉の温度は 1st Step に設定した初期温度に戻ります。

以上で一連の操作は終了です。一連の操作の模式図を Fig. 4.34 に示します。

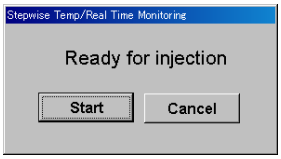


Fig. 4.33 スタートダイアログボックス

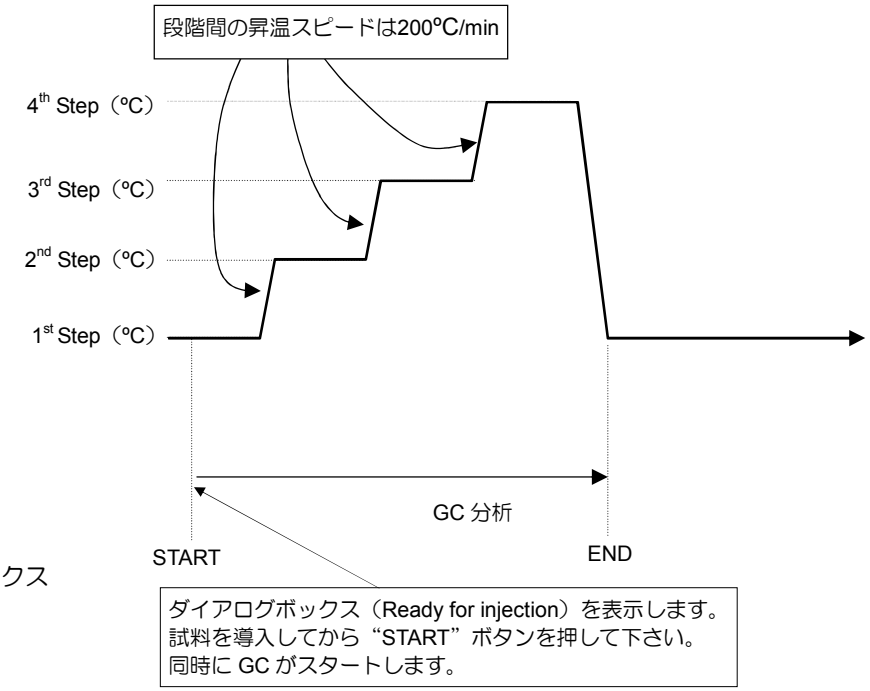


Fig. 4.34 Stepwise Temp / Real Time Monitoring のプログラム実行模式図

4.3.3.2 Stepwise Temp / Selected Zone Analysis における設定と操作手順

このモードで分析を行うためには、選択的試料導入装置が必要です。また、発生ガス中の C15 以下の低沸点成分も分析したい場合には、冷却トラップが必要となりますのでマイクロジェット・クライオトラップをご使用されることをお勧めします。ただし、サンプリング時間が数秒のときは、冷却捕集は不要です。

ツールバーの”1st”ボタン（A）を選択します。メニューバーから“Tools”–“Analytical Modes”–“Stepwise Temp Analysis”を選択するか、ツールバーの“Stepwise Temp Analysis”のアイコン（B）をクリックして下さい。Fig.4.35 が表示されます。

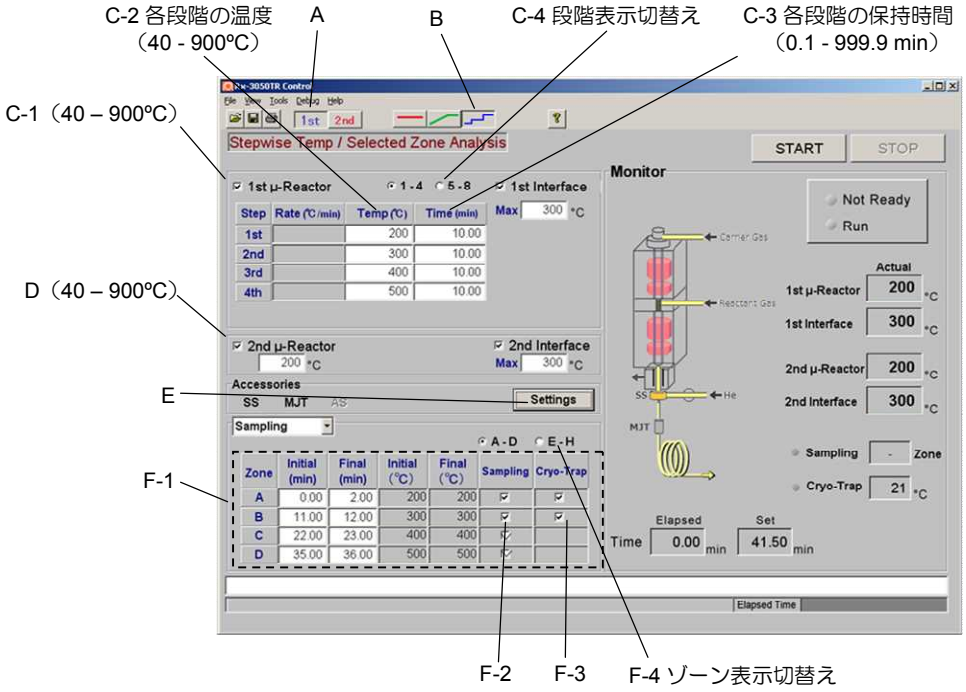


Fig.4.35　Stepwise Temp / Selected Zone Analysis の設定画面

① E の“Settings”から開くダイアログで**選択的試料導入装置のチェックをオン**にすることで、分析モードを Selected Zone Analysis とします。

② C-1 のチェックボックスを ON にしてください。（1st インターフェースも同様にして、設定温度を入力して下さい）

③ C-2, C-3 に各段階の 2nd 反応炉の温度と保持時間を入力してください。Temp に 0ºC を入力すると、それ以降の温度段階は実行しません。最大 8 段階まで設定可能です。段階間の昇温速度は 200ºC/min で計算されています。

④ D のチェックボックスを ON にして、2nd 反応炉の温度を入力して下さい。（2nd インターフェースも同様）

⑤ サンプリングを行う時間範囲を F-1 のゾーン A から入力してください。ゾーンは最大 8 個まで入力可能です。また、サンプリングの有無は F-2 のチェックボックスで、冷却捕集は F-3 のチェックボックスで設定を行います。

⑥ 試料を導入し、“START”ボタンを押して下さい。

⑦ GC、2 つの反応炉とインターフェース、選択的試料導入装置などの準備ができると Fig. 4.36 のダイアログボックスが表示されます。（安定化時間を待つ必要がない場合は、ESC キーを押すことで先に進むことができます。）

⑧ ダイアログボックス中の“Start”ボタンをクリックするか PC キーボードの“ENTER”キーを押して下さい。C で設定した温度プログラムが実行します。

⑨ F で設定したゾーンの時間範囲で選択的試料導入装置が ON となり、時間範囲が終了すると GC 分析がスタートします。GC 分析が終了するまで、温度プログラムは次のゾーンの開始時間で待機状態となります。その後、次のゾーンを同様に実行します。

⑩ 温度プログラムとポストヒーティングが終了したら、2nd 反応炉の温度は 1st Step に設定した初期温度に戻ります。

以上で一連の操作は終了です。一連の操作の模式図を Fig. 4.37 に示します。

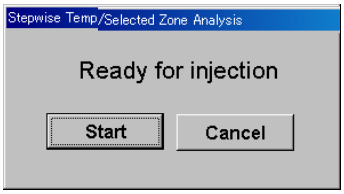


Fig. 4.36 スタート ダイアログボックス

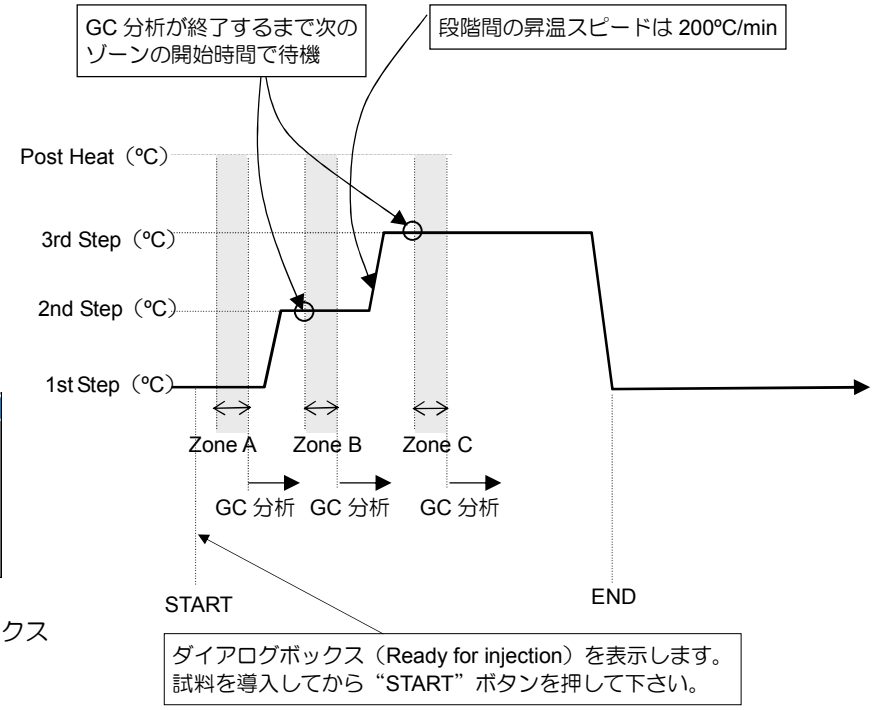


Fig. 4.37 Stepwise Temp / Real Time Monitoring のプログラム実行模式図

4.4　コントロールソフトウェアのその他の機能について

4.4.1　設定条件の保存と読み出し

設定条件にファイル名をつけて保存することが出来ます。設定が終わりましたらメニューバーから “File”–“Save As”を選択し，ファイル名指定して保存して下さい。読み出しは、メニューバーから“File”-“Open”を選択し、拡張子”.mrx”ファイル名を指定して下さい。

4.4.2　反応炉の温度補正と各種設定

“Tools”–“Maintenance”を選択して下さい。Fig. 4.38 が表示されますのでパスワードとして、3050 を入力し“OK”を押して下さい。Fig. 4.39 が表示されます。

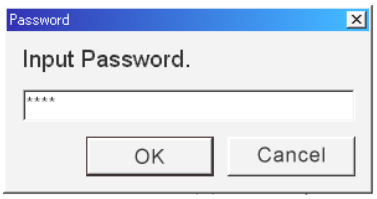


Fig. 4.38 パスワードの入力画面

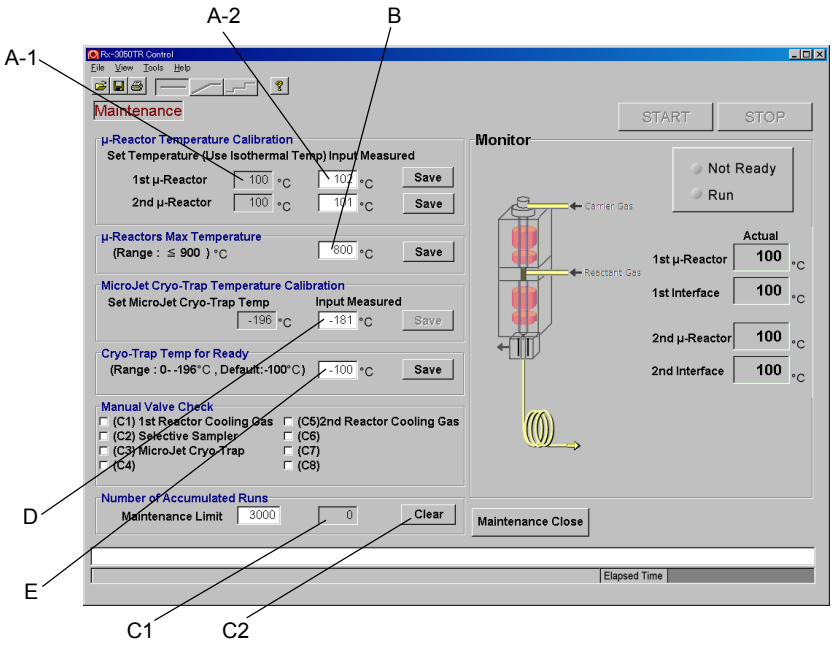


Fig.4.39　加熱炉の温度補正と各種設定の画面

4.4.2.1　反応炉の温度補正

2 つの反応炉は、温度補正をすることができます。反応炉の温度は分析結果に大きく影響する項目ですので、十分に熟知してから操作を行ってください。

① 2 つの反応炉の温度が設定温度で安定していることを確認して下さい。
② 1st 反応炉は”Tune”ボタンにより自動補正が可能です。自動補正には数分かかります。
③ 1st 反応炉と 2nd 反応炉の設定温度は A-1 に表示されますが、この温度は“Isothermal Analysis”で設定した各反応炉の温度が自動的に入力されます。
④ A-2 に 2nd 反応炉を各種の温度計で測った実測温度を入力します。
⑤ “Save”を押して、温度補正を終了します。
⑥ この操作により温度が正しく補正され、表示温度と実測温度が一致していることを確認して下さい。一致していない場合には、上記の③～⑤の操作を繰り返してください。

温度校正をするときは、取扱説明書に従い、正しく温度を測定してください。補正値の入力を誤ると、温度制御が正常に行われなくなります。

4.4.2.2　反応炉の各種設定

B　：入力可能な反応炉の最高温度。
C1 ：連続使用回数の上限設定。ここで設定した回数以上の測定が行われると、装置のメインテナンスを促すメッセージが表示されます。メインテナンス後に C2 の“Clear”ボタンを押してください。

4.4.2.3　各種バルブの動作確認

本制御装置で制御しているバルブ（1st 反応炉冷却空気、選択的試料導入装置、マイクロジェット・クライオトラップ、2nd 反応炉冷却空気等の電磁弁）の開閉動作を、I のチェックボックスにチェックマークを入れることで行えます。“Maintenance”画面を閉じると各バルブは通常動作となります。

4.4.2.4　マイクロジェット・クライオトラップの設定

D：温度センサーのキャリブレーション。センサー部を液体窒素に浸漬して、-196ºC を入力してください。
E：冷却捕集温度。この温度以下の状態を 90 秒間維持してから、マイクロジェット・クライオトラップの動作がスタートします。

4.4.3　設定条件の印刷

現在呼び出しているファイルの設定条件を印刷することが出来ます。メニューバーから “File”–“Print”を選択して下さい。

4.5　反応ガスの設定

下記の手順に従い、使用する反応ガスの流量を調整して下さい。

① 反応ガス切換えバルブを OFF にして下さい。
② 流量計を用いて、スプリットベントのガス流量を測定して記録して下さい。
③ 反応ガス切換えバルブで、使用する反応ガスを選択して下さい。
④ 流量計を用いて、GC のスプリットベントからのガス流量を測定して下さい。この時のガス流量と、②で測定したガス流量の差が、反応ガスの流量になります。
⑤ フローコントローラーの、各反応ガス用の流量調整ツマミ（Fig.1.3 または 1.4）を用いて、反応ガスの流量を調整して下さい。

4.6　冷却捕集について

4.6.1　冷却捕集の方法と各分析法における必要性

冷却捕集の方法には、マイクロジェット・クライオトラップ（フロンティア・ラボ社製）を使用する方法と、液体窒素を入れたデュワーを用いて手動操作で行う 2 つの方法があります。
手動操作で行う場合には、Fig.4.40 に示すように GC オーブンを開け、分離カラムの入口付近の 10 cm 程度を、液体窒素に浸漬することで冷却捕集が行えます。
何れの方法を用いても、冷却捕集の性能は同等です。

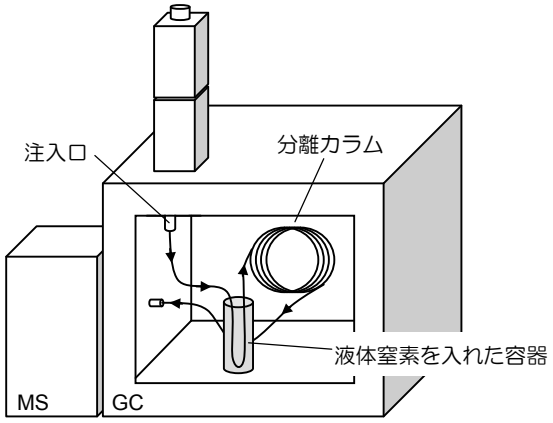


Fig.4.40 液体窒素を用いた冷却捕集法

分析対象となる化合物の分子量がある程度大きい場合には、GC オーブンの初期温度を 40ºC とすることで、分離カラムの入り口で対象化合物を捕集することができるため、冷却捕集は不要です。分子量が 200 以上または炭素数が 15 以上であることが、冷却捕集が不要な化合物の目安となります。
また、使用する分析モードや分析条件によっては、冷却捕集を行う必要がない場合もあります。冷却捕集の必要性については、Table.4.1 を参照して下さい。

Table.4.1　各分析における冷却捕集の必要性

分析モード／反応ガス	H_2 / He	H_2 / He 以外
Isothermal Temp Analysis	○	◎
Linear Temp / Real Time Monitoring	×	―
Linear Temp / Selected Zone Analysis	○	◎
Stepwise Temp / Real Time Monitoring	×	―
Stepwise Temp / Selected Zone Analysis	○	◎

◎：必須です。

○：必須ではありませんが、低沸点化合物の分離の状況に応じて適宜使用して下さい。
詳細は、4.6.2 項をご参照下さい。

×：使用するべきではありません。

―：測定にあたっては、使用するガスの危険性に注意が必要です。
GC/MS メーカーおよび弊社にご相談下さい。

4.6.2　冷却捕集による低沸点化合物の分離の改善

マイクロシリンジを用いて試料導入する場合、固体試料を 1st 反応炉で瞬間的に熱分解して試料導入する場合、あるいは連続的に発生するガスを選択的試料導入装置により、数秒間だけ試料導入する場合などは、必ずしも冷却捕集を行わなくても測定が可能です。しかし、低沸点化合物の分離が不十分な場合には、分離を改善するために冷却捕集を行ってください。

冷却捕集を行わず、エタノールからの反応生成物を測定したクロマトグラムを Fig.4.41 A に示します。主生成物のエチレンとプロピレンのピークがブロードになり、分離が不十分であることが分かります。これに対し、冷却捕集を行った Fig.4.41 B のクロマトグラムでは、各ピークが十分に分離していることが分かります。

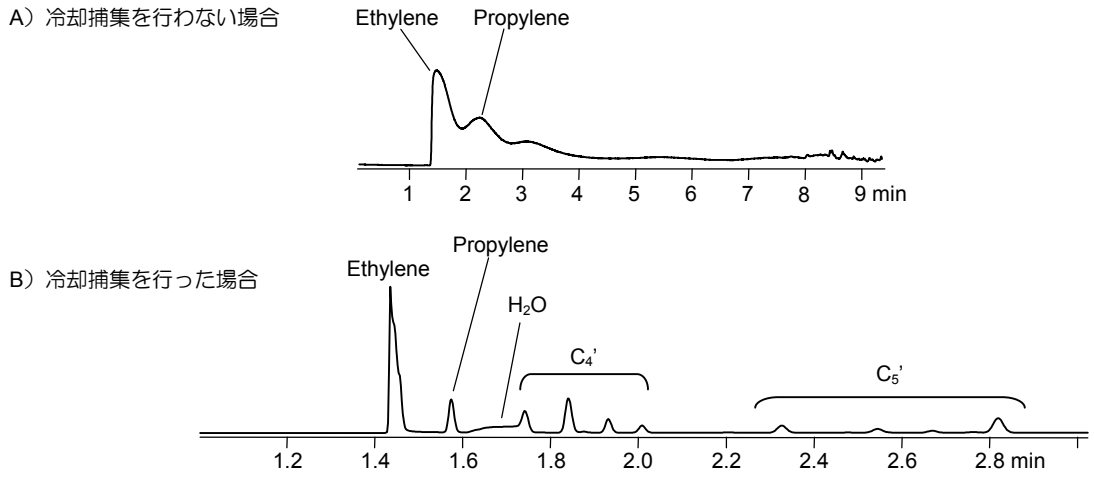


Fig.4.41　エタノールからの生成物のクロマトグラムにおける冷却捕集による分離の改善

反応管：Rx 石英反応インサート管 A（ZMS-5 触媒入り）
分離カラム：Ultra ALLOY 1（長さ 30m、内径 0.25mm、膜厚 0.25μm）
GC オーブン温度：40ºC

4.7　反応炉への各種の試料導入法

4.7.1　マイクロシリンジを用いた液体・気体試料の導入

1st 加熱炉の上部に液体試料注入用サンプラーを取付け、サンプラーの中心のセプタムからシリンジのニードルを挿入して、試料導入を行ってください（Fig.4.42）。

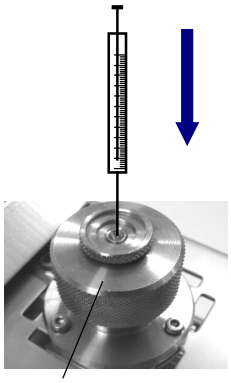


Fig.4.42　マイクロシリンジを用いた 1st 反応炉への試料導入

4.7.2　加圧法を用いた気体試料の連続導入

密閉容器内に有機溶媒などの試料を入れ、ヘッドスペース部の試料ガスを He で加圧して、連続的に反応炉に導入します。この導入法を行うための流路の一例を Fig.4.43 に示します。

フローコントローラーからの追加ガスの流量を調整することにより、試料濃度を調整することもできます。

この他の方法として、マイクロフィーダーを用いることもできます。

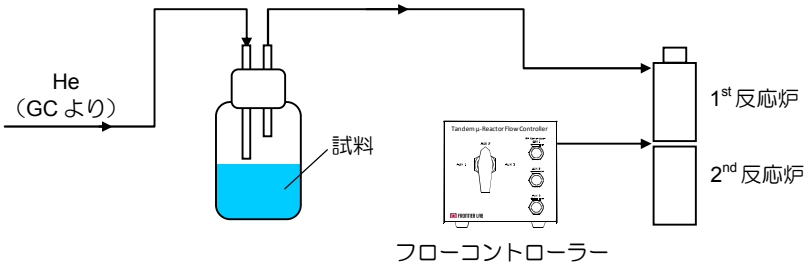


Fig.4.43　加圧法を用いた気体試料の連続導入

4.7.3　固体試料の導入

固体試料を測定する場合には、試料を付属のエコカップ LF に採取し、1st 加熱炉で瞬間的に熱分解・気化させて、2nd 反応炉へ導入します。一連の手順を Fig.4.44 に示します。

① エコカップ LF をエコカップスタンドに乗せます。
② ピンセットやスパチュラを用いて、試料を試料カップに採取します。
③ エコスティック SF をエコカップ LF に接続します。エコスティック SF の下端が、エコカップ LF の底面に接触するまで挿入してください。
④ エコスティック SF の上端をサンプラーへ取付けます。
⑤ サンプラーを 1st 加熱炉の上部へ取付けます。

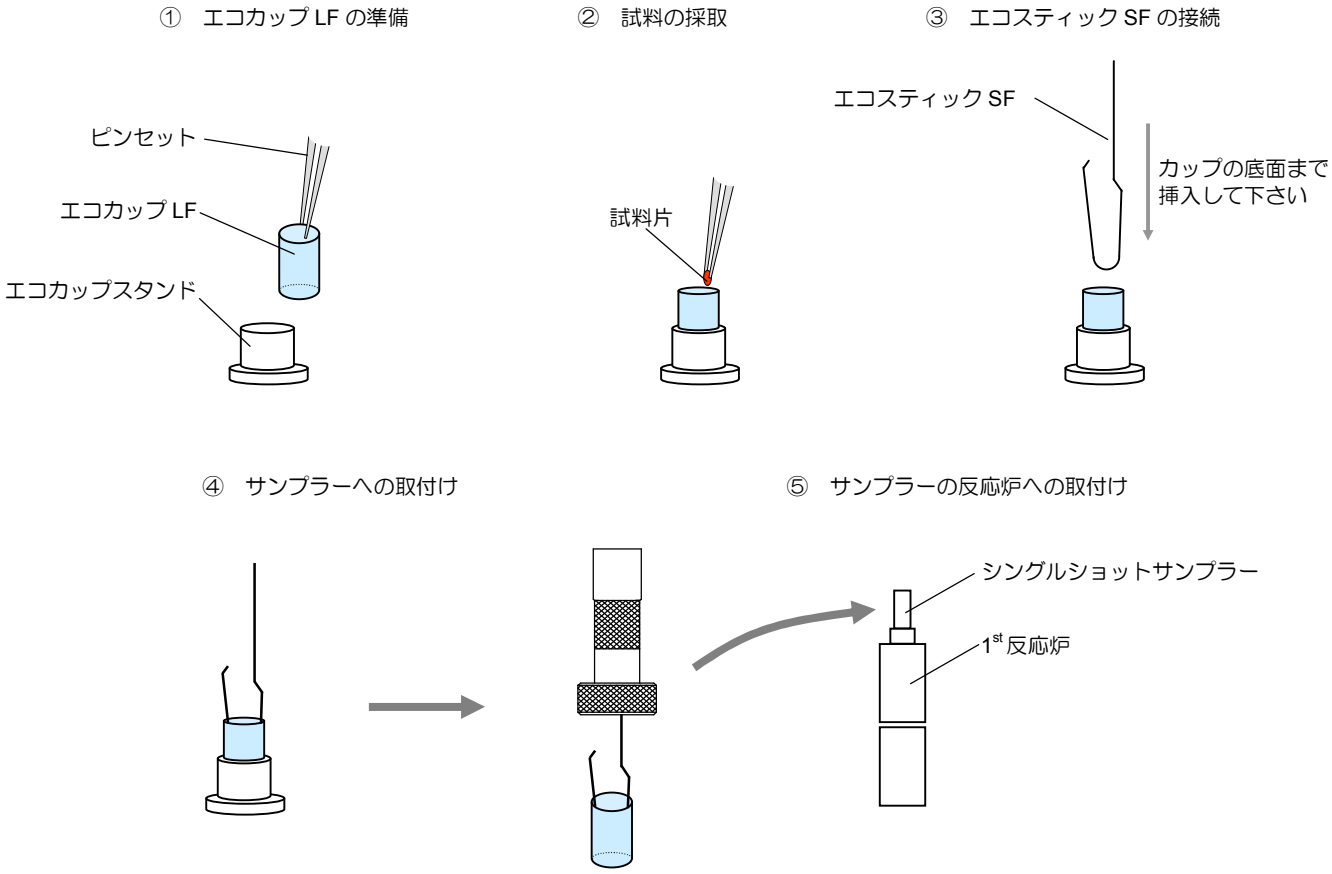


Fig.4.44　固体試料を導入する一連の操作

注意

固体試料用の試料カップの取付け・回収または Rx 石英反応インサート管を交換する場合には、1st 反応炉上部のサンプラーを取外します。この際に、反応炉内の圧力が高い状態で取外すと、反応炉内部のガスが急激に上部に吹き出し、石英反応インサート管内の触媒が飛び散ることがあります。サンプラーを取外して反応炉を開放する際には、必ず GC の注入口圧力を 10 kPa（約 1.5 psi）以下に下げて下さい

4.8　Rx 石英反応インサート管への触媒の充填方法

中空の Rx 石英反応インサート管へ触媒を充填する際には、下記の手順を参考に行って下さい。

① 中空の Rx 石英反応インサート管の底部に、10 mm 程度の長さに石英ウールを充填して下さい。この際、棒などで上部より石英ウールを押しながら充填し、石英ウールを密な状態にして下さい。石英ウールを密な状態にしても、ガスの流れを妨げることはありません。

② 触媒を充填して下さい。充填する量は任意ですが、触媒層の長さは 40 mm 以下として下さい。

③ 触媒層の上部に、10~20 mm 程度の長さに石英ウールを充填して下さい。

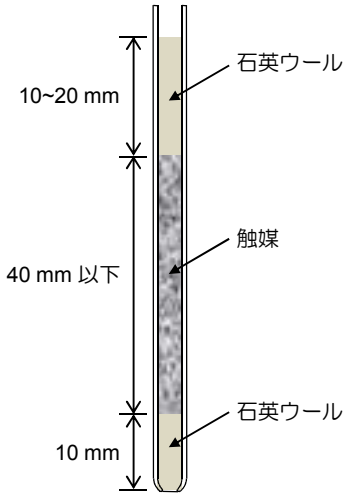


Fig.4.45　Rx 石英反応インサート管への触媒の充填例

注意

石英ウールは密に充填して下さい。疎らに充填した場合には、反応炉を開放する際に、触媒が動いたりインサート管から飛び出したりすることがあります。

注意

触媒を充填する長さは、40 mm 以下として下さい。それ以上の長さに充填した場合には、触媒層の温度が設定した反応炉温度で均一に制御されません。

第 5 章　性能確認

出荷時には、5.1 項の測定により性能確認を行っています。据付け時にも同様の測定により、性能確認を行ってください。He 雰囲気中で、エタノールと触媒（ZMS-5）を接触反応させることにより、エチレンが生成することを確認します。
エタノールの代わりにメタノールを用いて、5.2 項の測定により性能確認を行うこともできます。

5.1　エタノールからのエチレンの生成

5.1.1　使用する備品

測定に使用する下記の備品を準備してください。

- 標準分離カラム（ジメチルポリシロキサン、長さ 30 m、内径 0.25 mm、膜厚 2.0 μm）
  [フロンティア・ラボ社　部品番号: UA1-30M-2.0F]
- エタノール（1 mL 程度）
- マイクロシリンジ（10 uL）

5.1.2　分離カラムの取付けとコンディショニング

① 標準分離カラムを GC に取り付けます。

② タンデム・マイクロリアクターと GC/MS を次頁の分析条件に設定します。

③ GC オーブン温度を 200ºC に設定して、30 分間保持します。

5.1.3　タンデム・マイクロリアクターを用いた GC/MS 測定

① 反応ガス（He）流量を 50mL/min に調整します。反応ガス流量の調整方法は、4.5 項をご参照下さい。反応ガスを He に切り換えて 3 分間以上パージします（既に He が選択されていた場合にはパージは不要です）。

② GC/MS の分析条件を設定し、データ取り込み準備を行って下さい。

③ タンデム・マイクロリアクターのコントロールソフトにて START ボタンを押して下さい。スタートダイアログボックスが表示されます。

④ エタノールを 0.2 μL マイクロシリンジに採取し、注入します。

⑤ ③で表示された START ボタンを押して下さい。GC/MS 分析がスタートします。

⑥ 測定例を Fig.5.1 に示しますので、これと同等のクロマトグラムとエチレンの MS スペクトルが得られることを確認して下さい。

液体窒素を使用しない場合には、試料の導入時間によっては、低分子量成分のピーク形状がブロードになります。必要に応じて、冷却捕集を用いて下さい。詳細は、4.6.2 項をご参照下さい。

【分析条件】

試料

化合物　　：エタノール

試料量　　：0.2 μL

1st 反応炉の条件

反応炉温度　　：300ºC

ITF 温度　　：200ºC

2nd 反応炉部の条件

反応炉温度　　：300ºC

ITF 温度　　：200ºC

反応ガス　　：He（50 ml/min）*

* フローコントローラーで設定してください。

GC/MS の条件

注入口温度　　：200ºC

スプリット比　　：1/50（He 流量：50 mL/min）**

GC オーブン温度：40（5 min 保持）

カラム流量　　：1 ml/min

分離カラム　　：ジメチルポリシロキサン（長さ 30 m, 内径 0.25 mm, 膜厚 2.0 μm）

[フロンティア・ラボ社 部品番号: UA1-30M-2.0F]

GC/MS ITF 温度　：250ºC

MS イオン源温度：230ºC

MS スキャン範囲：10-200（m/z）

スキャン速度　　：5 スキャン/sec 以上

** 実際のスプリット比は、フローコントローラーからの He（50 ml/min）と GC からの He（50 ml/min）を合わせて、約 1/100 となります。

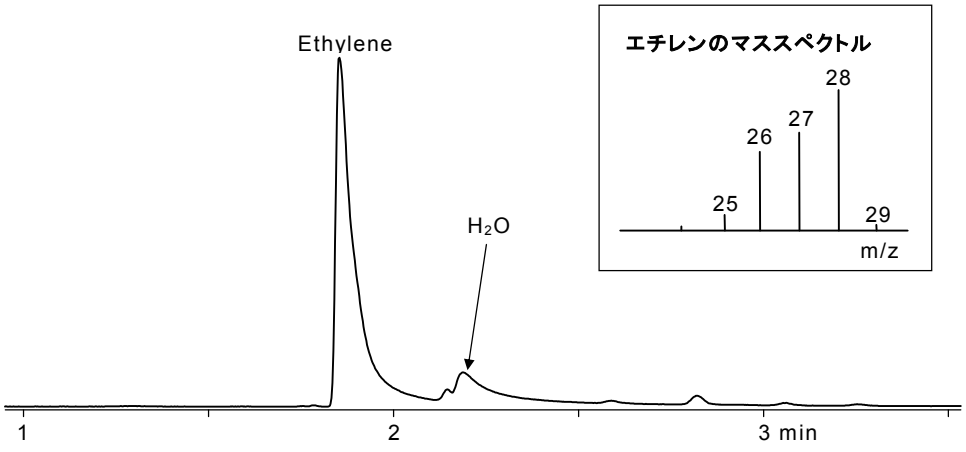


Fig.5.1　ZMS-5 触媒を用いたエタノールの気相反応による生成物のクロマトグラムの例

5.2　メタノールからのプロピレンの生成

メタノールを用いて性能確認を行う場合は、下記の手順に従って測定を行ってください。

5.2.1　使用する備品

測定に使用する下記の備品を準備してください。

- 標準分離カラム（ジメチルポリシロキサン、長さ 30 m、内径 0.25 mm、膜厚 2.0 μm）
  [フロンティア・ラボ社　部品番号: UA1-30M-2.0F]
- メタノール（1 mL 程度）
- マイクロシリンジ（10 uL）

5.2.2　分離カラムの取付けとコンディショニング

① 標準分離カラム（ジメチルポリシロキサン、長さ 30 m、内径 0.25 mm、膜厚 2.0 μm）を GC に取り付けます。

② タンデム・マイクロリアクターと GC/MS を次頁の分析条件に設定します。

③ GC オーブン温度を 200ºC に設定して、30 分間保持します。

5.2.3　タンデム・マイクロリアクターを用いた GC/MS 測定

① 反応ガス（He）流量を 50mL/min に調整します。反応ガス流量の調整方法は、4.5 項をご参照下さい。反応ガスを He に切り換えて 3 分間以上パージします（既に He が選択されていた場合にはパージは不要です）。

② GC/MS の分析条件を設定し、データ取り込み準備を行って下さい。

③ タンデム・マイクロリアクターのコントロールソフトにて START ボタンを押して下さい。スタートダイアログボックスが表示されます。

④ メタノールを 0.2 μL マイクロシリンジに採取し、注入します。

⑤ ③で表示された START ボタンを押して下さい。GC/MS 分析がスタートします。

⑥ 測定例を Fig.5.2 に示しますので、これと同等のクロマトグラムとプロピレンの MS スペクトルが得られることを確認して下さい。

液体窒素を使用しない場合には、試料の導入時間によっては、低分子量成分のピーク形状がブロードになります。必要に応じて、冷却捕集を用いて下さい。詳細は、4.6.2 項をご参照下さい。

【分析条件】

試料

化合物　　：メタノール

試料量　　：0.2 μL

1st 反応炉の条件

反応炉温度　　：300ºC

ITF 温度　　：200ºC

2nd 反応炉部の条件

反応炉温度　　：500ºC

ITF 温度　　：200ºC

反応ガス　　：He（50 ml/min）*

* フローコントローラーで設定してください。

GC/MS の条件

注入口温度　　：200ºC

スプリット比　　：1/50（He 流量：約 50 mL/min）**

GC オーブン温度：40（5 min 保持）

カラム流量　　：1 ml/min

分離カラム　　：ジメチルポリシロキサン（長さ 30 m, 内径 0.25 mm, 膜厚 2.0 μm）
[フロンティア・ラボ社 部品番号: UA1-30M-2.0F]

GC/MS ITF 温度　：250ºC

MS イオン源温度：230ºC

MS スキャン範囲：10-200（m/z）

スキャン速度　　：5 スキャン/sec 以上

** 実際のスプリット比は、フローコントローラーからの He（50 ml/min）と GC からの He（50 ml/min）を合わせて、約 1/100 となります。

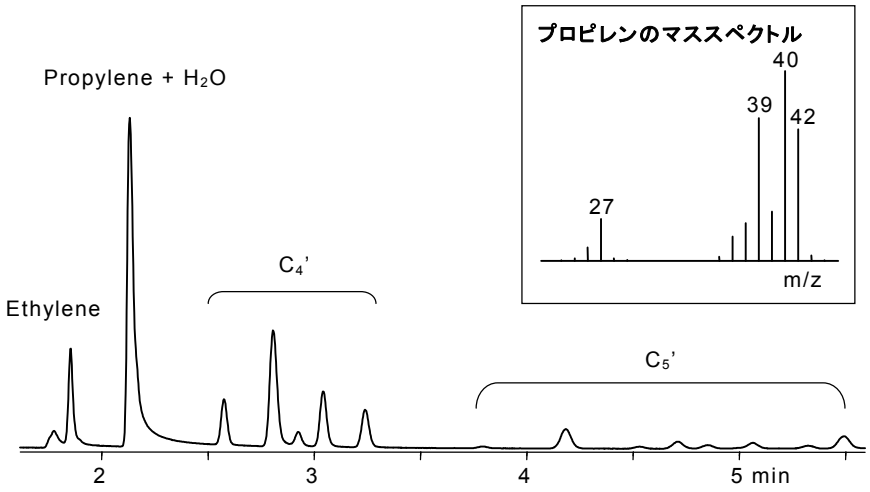


Fig.5.2　ZMS-5 触媒を用いたメタノールの気相反応による生成物のクロマトグラムの例

第 6 章　トラブルシューティング

この章では、考えられるトラブルの症状ならびにそれらに対する対策について説明してあります。対策をしても問題が解決しない場合や、ここに述べられていない現象や故障が発生した場合は、弊社代理店にご連絡をお願い致します。

6.1　反応炉部に関わるトラブル

現象	原因	対策
ピークが出ない	ガス漏れ	6.4 項参照 GC 注入口、検出器とカラムの接続部を確認する。
	GC 検出器から信号が出ていない	GC の取扱い説明書を参照する。
ピーク幅が太い（分離が悪い）	カラムの劣化	交換する。
	反応炉からカラム入口までの拡散	マイクロジェット・クライオトラップまたは冷媒を用いて冷却捕集を行う。
テーリングする	カラムの劣化	交換する。
高沸点成分（炭素数 20 以上）の収率が低い、または高沸点成分のピークがテーリングを示す	ITF 部や注入口の温度が低い	温度を高くする。 例：200→300°C （注入口セプタムは各 GC により耐熱性が異なりますが、特別な場合を除き、350°C 以上には設定しないで下さい）
	MS 使用時、GC/MS ITF の温度が低い	温度を高くする。
酸などの極性ピークが出ない	カラムの劣化	新しいカラムに交換する。
	ITF ニードルのタール成分への吸着	新しい ITF ニードルに交換する。
反応炉・ITF 温度が設定値に上がらない	設定が OFF になっている	コントロールソフトウェアを操作し、ON にする。
	反応炉制御ケーブルが正しく接続されていない	反応炉の制御ケーブルを一度外し、接続し直す。
	ブレーカーが作動している	温度コントローラー背面の主ブレーカーの突起部を押し込む。
	ヒーターが断線している。	修理が必要（代理店にお問合せ下さい）。
	温度制御器が故障している。	修理が必要（代理店にお問合せ下さい）。
冷却用ガスが流れない	冷却用ガスが供給されていない	冷却用ガスの元栓、供給圧力を確認する。
	温度コントローラー裏部の電磁弁の動作不良	要修理。
セプタム交換時にゴムがきれいに除けない	ゴムの熱分解に伴う溶着	フロンティア・ラボ社製の表面処理済セプタムを使用することで、軽減する。
昇温分析で最終温度でのベースラインの位置が高くなった	カラムの固定相液相の劣化に伴うブリーディング	溶媒で洗浄する*（1ml 程度のアセトンをカラム内に流した後、GC に接続しキャリヤーガスを流しながら、40°C に 30 分保持後に 10°C/min で昇温加熱して乾燥する）。 *他社製のカラムをご使用の場合には、各カラムメーカーへお問合せ下さい。

6.2　コントローラー部に関わるトラブル

現象	原因	対策
反応炉 ITF の温度が設定値に上がらない	設定が OFF になっている	コントロールソフトウェアを操作し、ON にする。
	ブレーカーが作動している	温度コントローラー背面の主ブレーカーの突起部を押し込む。
	供給電圧が低い	正規の電圧を供給する。
	反応炉制御ケーブルが正しく接続されていない	各反応炉の制御ケーブルを一度外し、接続し直す
ピーと音がする	センサーケーブルが接続されていない、またはコネクターの接触不良	反応炉部からの接続ケーブルがコントローラー背面の POWER、SENSOR のコネクターに正しく接続されているか確認する。
	センサーが切れている	修理が必要（代理店にお問合せ下さい）。
本体の冷却ファンが回らない	異物がファンに挟まっている	ガスの配管その他の異物がファンに接触若しくは挟まっていないか確認する。
	ファンの不良	修理が必要（代理店にお問合せ下さい）。
	ファン用電源が供給されていない	ファンの電源ケーブルが、接続されているか確認する。接続されていない場合は接続する。回らない場合は修理が必要。
異常な温度を示す	センサーの接触不良	反応炉部からのセンサーケーブルのコネクターが正しく接続されているか確認する。
	温度校正の手順に誤りがあった	再度校正を再度行う。
	センサー回路の故障	修理が必要（代理店にお問合せ下さい）。
反応炉の温度制御が低い温度（100ºC 以下）で安定しない	ITF 温度が高すぎる	ITF の温度制御モードを Manual に設定し、反応炉と同じ温度に設定する（Auto モードでは、反応炉の温度より 100ºC 高い温度に自動制御します）。

6.3　マイクロジェット・クライオトラップに関わるトラブル

現象	原因	対策
-190°C まで冷却されない。	液体窒素導入チューブの詰りにより、窒素ガスの流量が足りない（液体窒素が導入チューブが詰まった場合には、フローコントローラー部の圧力計が 500 kPa 以上を示します。）	熱交換コイルを液体窒素から取り出し、窒素ガスを流しながら、約 5 分間室温で放置する。
	窒素ガスの供給圧力が足りない。	窒素ガスの供給圧力を 600 kPa に設定してください。
	窒素ガスが漏れている。	各接続部がしっかりと接続されていることを確認して下さい。
	液体窒素が足りない。	液体窒素を補充する（本装置が正常に作動するためには、熱交換コイルが 5 cm 以上液体窒素に浸漬している必要があります。標準容器のシーベル 10 では 2 L 以上の液体窒素が必要となります。
	オーブン温度が高い。	オーブンの初期温度を 50°C 以下に設定する。
	室温が高い	本装置は 30°C 以下の環境下でご使用ください。
ピーク形状がブロードになる。または、ピークが割れる*。	十分冷却されていない	（前項目をご参照下さい）
	分離カラムの冷却部分に氷が付着している。	氷結防止金具が取付けられていることを確認し、取付けられていない場合には、取付けて下さい。
	分離カラムがマイクロジェットチューブの端に接触している。	分離カラムがマイクロジェットチューブの淵に接触しないように調整する。
エチレンがトラップされない。	十分冷却されていない	（前項目をご参照下さい）
	分離カラムの固定相液相の膜厚が薄い。	エチレンをトラップするためには、内径 0.25 mm の分離カラムの場合、1 μm の膜厚が必要です。膜厚 1 μm の分離カラムを使用してください。

* マイクロジェットチューブの淵へ、分離カラムが接触したことにより、エチレンのピークが複数に分割したクロマトグラムの例を、Fig.6.1 に示します。

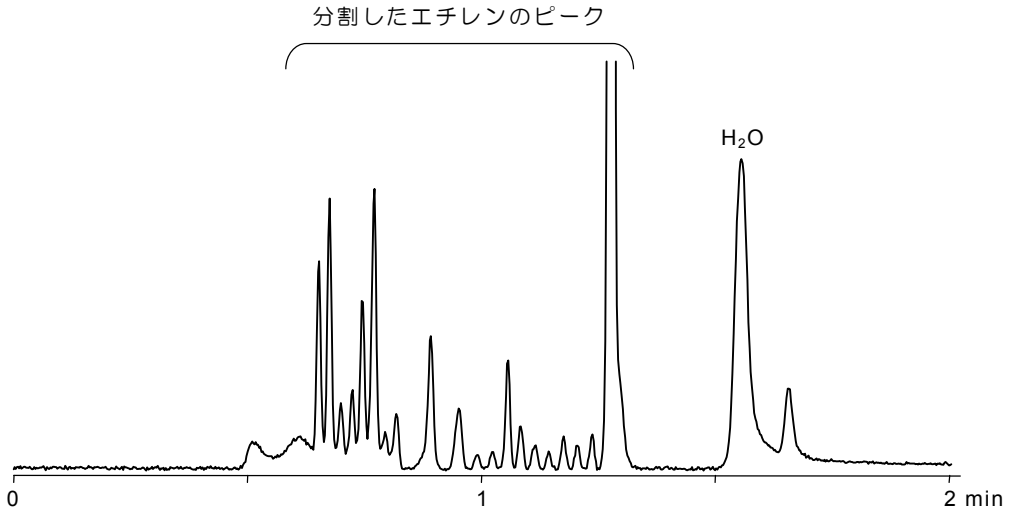


Fig.6.1　マイクロジェットチューブへ分離カラムが接触したことにより分割したエチレンのピーク

6.4　トラブルシューティングの代表例

タンデム・マイクロリアクターの使用時に発生するトラブルの原因は、主にガス漏れや ITF ニードルの詰まりに起因します。これらのトラブルが発生した場合、主に以下のような現象として現れます。

① 空気リークにより、TIC 上のバックグランドの MS スペクトルにおいて、m/z 28, 32 のイオン強度が高くなる。

② カラム入口圧力が上がらない。《キャリヤーガス流量が 10 mL/min 以下の場合も同様の現象が現れます。キャリヤーガス流量を 50 ml/min 以上に設定して、再度ご確認ください。》

③ キャリヤーガスの定流量制御下で昇温分析をすると、ある温度以上になると圧力が追従できなくなる。《キャリヤーガスの供給圧力が低い場合がありますので、適正圧力を各社 GC のマニュアルで確認して設定してください。》

以下にガス漏れに対する、トラブルシューティングの手順を説明してあります。上記の現象が見られる場合は、以下の手順にてトラブルシューティグを行うことをお勧め致します。

注意

先端が鋭利な針状になっている ITF ニードル N が露出した状態での作業になります。安全メガネなどの保護具を装着して、安全な作業を行ってください。

6.4.1　パイロライザーのガス漏れ検査

下記の手順に従い、ガス漏れ検査を行ってください。

① 分離カラムあるいは EGA チューブ出口をセプタムで塞ぎます。

② GC のスプリットベントおよびパージベントを塞ぎます。

③ キャリヤーガスを流すと、カラム入口圧力が上昇し、GC へ接続した時のボンベ出口圧力と同一になります。同程度の圧力にならない場合は、流路内にガス漏れがありますので、He リーク検出器を用いて、ガス漏れが生じている箇所を特定し、以下の対処を行ってください。

- 1st 反応炉上部のオーリングの緩み：　3 本の 6 角ネジの増し締め（Fig. 6.2a）またはオーリング（P/N: PY1-2017）の交換

- ITF ユニオン部（Fig.6.2b）のグラファイトベスペルフェラル又はグラファイトフェラルの緩み又は劣化：　増し締めまたはフェラルの交換（P/N: PY1-7911 グラファイトベスペル製, PY1-7921 グラファイト製）
- ITF ニードル N の金属フェラル（Fig.6.2b）の緩み又は劣化：　増し締め又は ITF ニードル N の交換（ニードルと金属フェラルはニードルに固定されています。ニードルセット, P/N: PY1-1274）
- 液体試料注入用サンプラー（Fig.6.2c）の緩み、オーリングの劣化又は異物の挟み込み：　増し締め（正常であれば指で締めるだけで十分に漏れはとまります）、オーリング部及び試料サンプラーの鏡面部を、メタノールを浸した綿棒等でクリーニング、又はオーリングの交換（P/N: PY1-7811）

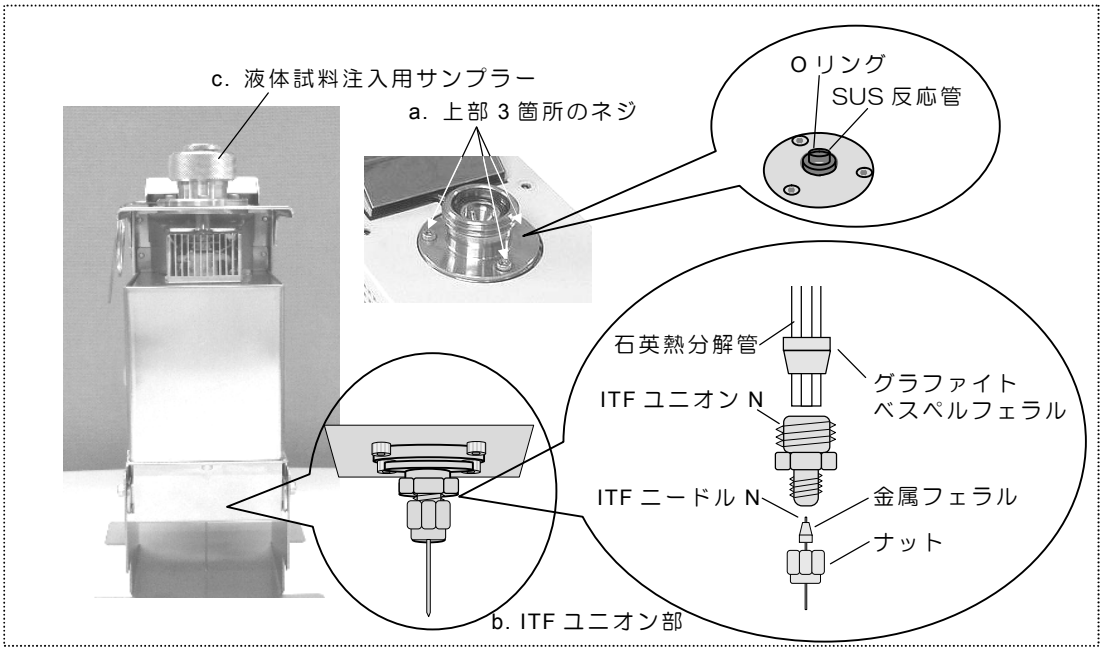


Fig.6.2　ガス漏れが生じ易い箇所

6.4.2　ITF ニードルの詰まりの検査

キャリヤーガス総流量を 100 ml/min、キャリヤーガスのカラム流量を 1 ml/min と設定し、それぞれが設定値になることを確認して下さい。6.3.1 項でのガス漏れ検査が正常であったにも関わらず、この項目で異常がある場合には、ITF ニードル N を GC 注入口へ刺す際に、セプタム片がニードル先端の穴を塞いだ可能性が考えられます。この場合には、下記のような現象が同時に確認されます。ニードルの詰まりを解消し、GC 注入口のセプタムキャップの締め加減を少し緩くしてから、再度お試し下さい。

- サンプラーを取り外し、1st 反応炉の上部を開放した際に、注入口圧力がゆっくりと低下する、または低下しない（正常な場合は、1～2 秒以内にほぼゼロに下がります）。
- キャリヤーガス総流量が、始めは設定値まで上がるが、1 分程度後には設定値まで上がらず、最終的にはゼロになる。
- 試料サンプラーを取りはずす時、サンプラーのネジが硬くてまわしにくい。また、緩めたときに“プシュッ”とガスの噴出音が聞こえる。

以上の確認と対処を行っても、不具合が解消されない場合は、ご購入頂いた各販売店にお問合せ下さい。

Appendix　消耗部品一覧

本製品に使用する消耗部品の部品番号（入り数）を Fig.A.1 および Fig.A.2 に示します。

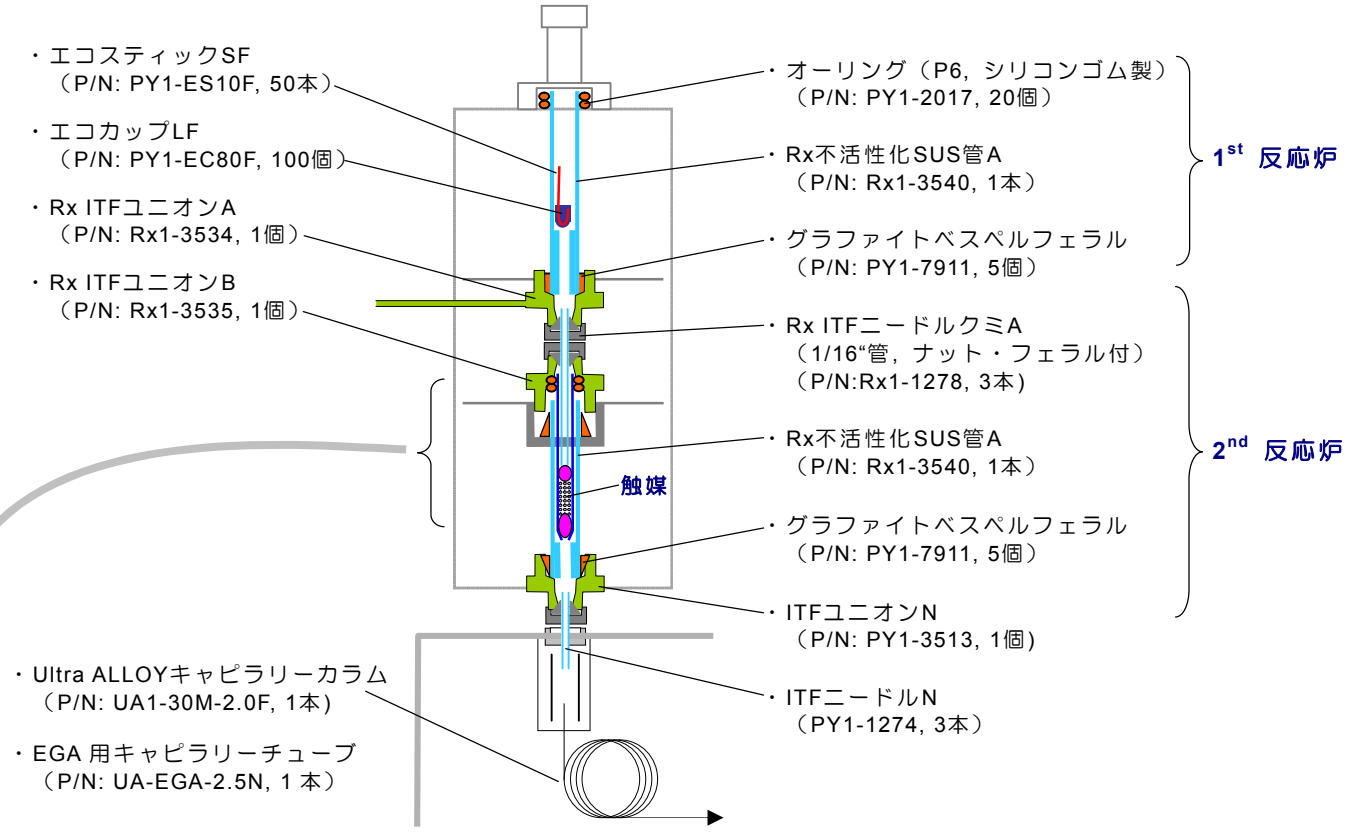


Fig.A.2　消耗部品一覧（その 1）

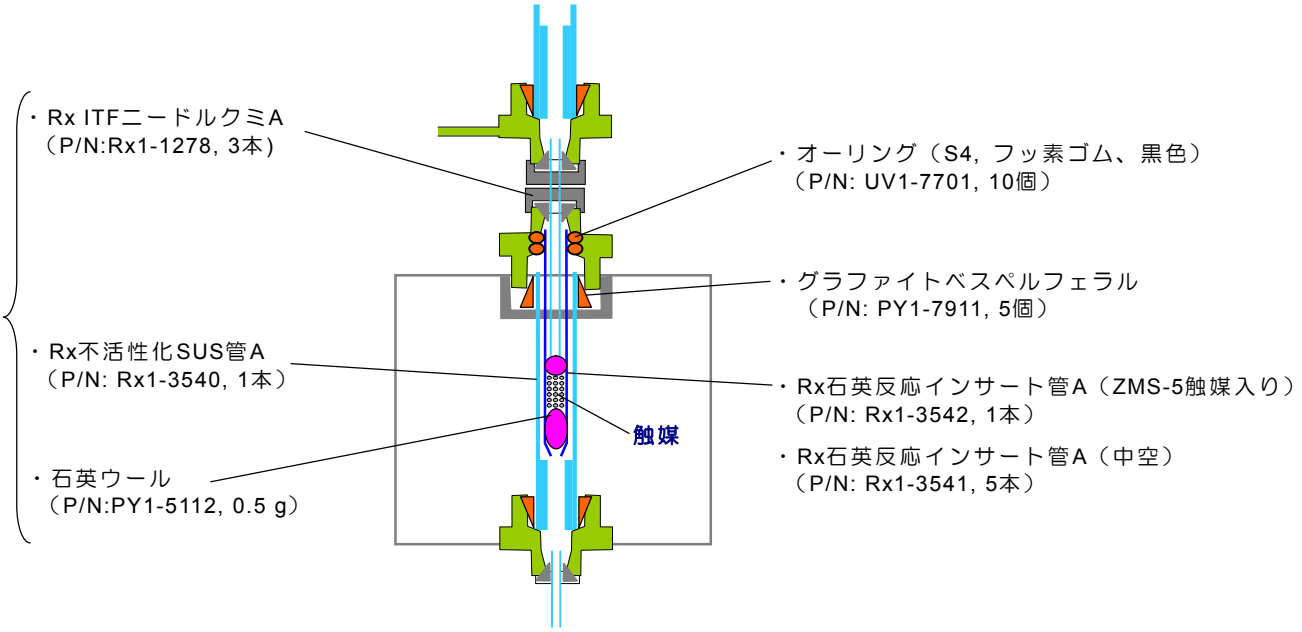


Fig.A.3　消耗部品一覧（その 2）